

ICPMS-2030 测定化妆品中的铍、镉、铊、铬、砷、碲、钕、和铅元素含量

ICPMS-103

摘要：参考标准《进出口化妆品中铍、镉、铊、铬、砷、碲、钕、铅的检测方法 电感耦合等离子体质谱法》(SN/T 2288-2009)，使用岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪测定化妆品样品中的多种元素含量，并进行加标回收率验证。实验结果表明，该方法灵敏度高 (1~10 μg/L)，定量准确 (加标回收率 91~112%)，可满足化妆品中多种元素含量的测定要求。可满足化妆品中多种元素含量的测定要求。

关键词：化妆品 ICPMS-2030 金属元素

化妆品是人们经常使用的轻工产品，它在使用过程中直接接触人体的相关部位，因此化妆品的质量和安全性显得尤其重要。我国是化妆品消费大国，国家对化妆品进行了严格的监管以保障消费者健康。化妆品中的元素含量是评价其质量的重要指标，直接关系到使用者的安全，因此准确快速的对化妆品中的微量元素进行测定，对于监控化妆品质量具有重要意义。传统分析化妆品中微量元素的主要手段有原子吸收法、原子发射法和原子荧光法等，存在分析速度慢或灵敏

度低等缺点，而电感耦合等离子体质谱仪 (ICPMS) 在分析效率和灵敏度上具有独特的优势，非常适合用于分析化妆品中的多种微量元素。

本文参考《进出口化妆品中铍、镉、铊、铬、砷、碲、钕、铅的检测方法 电感耦合等离子体质谱法》(SN/T 2288-2009) 的方法，采用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 测定化妆品样品中的铍、镉、铊、铬、砷、碲、钕、和铅元素含量，具有线性范围宽，灵敏度高，可满足多元素同时测定要求等优点。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪

1.2 仪器分析条件

ICP-MS 仪器分析条件见表 1。

表 1 ICP-MS 分析条件

参数	参数设定	参数	参数设定
高频功率	1.20 kW	等离子体气流速	8.0 L/min
辅助气流速	1.10 L/min	载气流速	0.70 L/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器	同心雾化器
雾化室	旋流	雾化室温度	5°C
采样深度	5.0 mm	高频频率	27.12 MHz
碰撞气体	He	碰撞气流速	6 mL/min
池电压	-21 V	能量过滤器电压	7.0 V

1.3 实验器皿及试剂

实验所用器皿均使用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用超纯水冲洗，干燥后备用；实验所用的 HNO₃ 和 H₂O₂ 纯度均为电子级，实验用水为超纯去离子水。

样品的预处理

准确称取 0.3 g (精确至 0.1 mg) 保湿水及保湿啫喱样品于聚四氟乙烯微波消解罐中, 依次加入 4 mL HNO₃ 和 1 mL H₂O₂, 先静置 30 min 后再置于电热板上低温加热预消解 30 min, 然后放入微波消解仪, 按标准推荐的升温程序进行消解后冷却至室温, 将消解液转移至 50 mL 塑料容量管中, 用纯水定容至刻度线, 摇匀, 取试液离心后收集上清液待测。

结果讨论

3.1 标准曲线溶液配制

配制介质为 1% HNO₃ 的各种元素系列标准溶液于 50 mL 塑料容量管中, 配制浓度如表 2 所示。内标元素为 ⁶Li、⁴⁵Sc、⁸⁹Y、¹⁰⁵Rh、¹¹⁵In 和 ¹⁸⁵Re, 浓度均为 20 μg/L。

表 2 标准溶液浓度及分析质量数

元素	质量数 (amu)	标准曲线浓度 (μg/L)				
		Blank	STD1	STD2	STD3	STD4
As	75	0	1	2	5	10
Be*	9	0	1	2	5	10
Cd	111	0	1	2	5	10
Cr	52	0	1	2	5	10
Nd	145	0	1	2	5	10
Pb	208	0	1	2	5	10
Te	130	0	1	2	5	10
Tl	203	0	1	2	5	10

注: * 为使用 No Gas 模式

3.2 部分元素标准曲线如下:

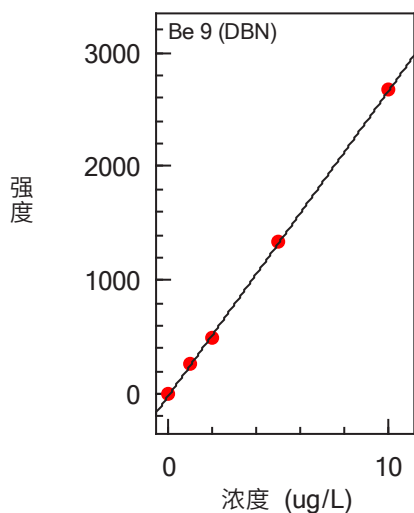


图 1 Be 元素的标准曲线 $r=0.99990$

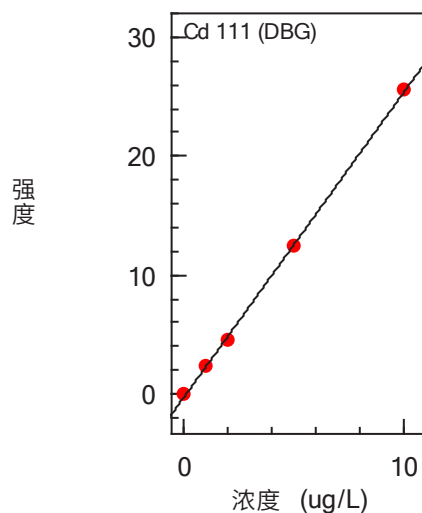


图 2 Cd 元素的标准曲线 $r=0.99976$

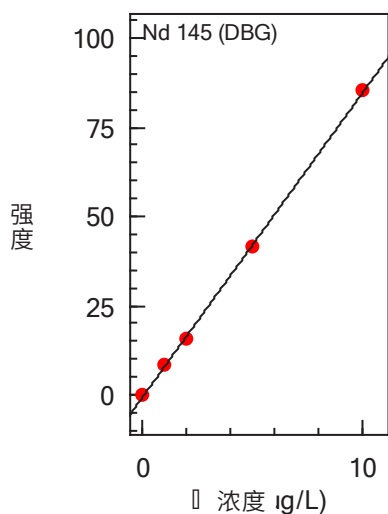


图 3 Nd 元素的标准曲线 $r=0.99986$

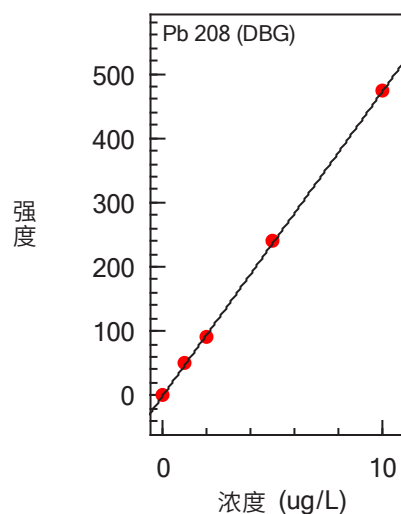


图 4 Pb 元素的标准曲线 $r=0.99994$

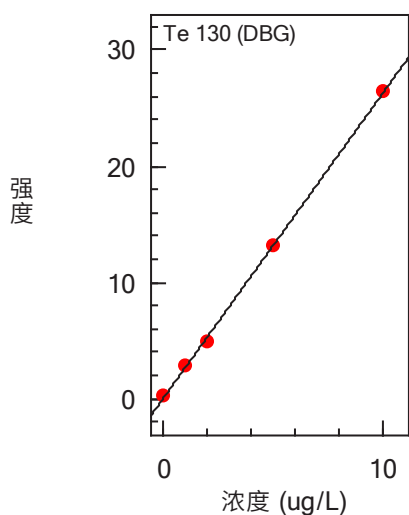


图 5 Te 元素的标准曲线 $r=0.99979$

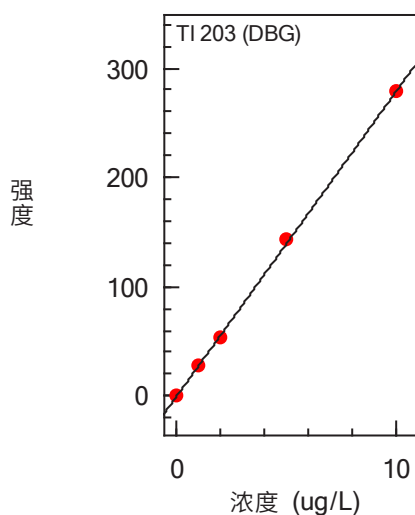


图 6 Tl 元素的标准曲线 $r=0.99980$

3.3 方法检出限

按照实验方法对标准曲线空白的分析元素进行 11 次测定，以 3 倍信号强度的标准偏差除以标准曲线斜率得到仪器检出限，按称样量 0.3 g，定容体积为 50 mL 计算方法检出限，结果列于表 3。

表 3 方法检出限

元素	仪器检出限 ($\mu\text{g/L}$)	方法检出限 ($\mu\text{g/kg}$)
As	0.0191	3.18
Be*	0.0022	0.36
Cd	0.0012	0.20
Cr	0.0112	1.87
Nd	0.0021	0.35
Pb	0.0065	1.08

Te	0.0360	6.00
Tl	0.0034	0.57

注：* 为使用 No Gas 模式

3.4 样品分析及加标回收率

使用 ICPMS-2030 直接测定化妆品样品中的各元素含量，并进行加标回收实验。实验结果见表 3。

表 4 保湿水分析结果

元素	校正内标	测定结果 (µg/L)	样品含量 (µg/kg)	加标浓度 (µg/L)	RSD(%) (n=3)	加标回收率 (%)
As	⁸⁹ Y	0.28	46.8	0.50	3.98	103.8
Be*	⁶ Li	0.09	15.5	0.50	4.4	104.8
Cd	¹⁰⁵ Rh	0.11	19	0.50	0.37	100
Cr	⁴⁵ Sc	0.42	70.5	0.50	4.99	91
Nd	¹⁸⁵ Re	0.21	34.1	0.50	2.13	100.8
Pb	¹⁸⁵ Re	0.26	43.1	0.50	2.5	112.2
Te	¹¹⁵ In	0.16	26	0.50	3.7	99
Tl	¹⁸⁵ Re	0.17	28.5	0.50	3.6	101.6

注：* 为使用 No Gas 模式

结论

参考标准《进出口化妆品中铍、镉、铊、铬、砷、碲、钷、铅的检测方法 电感耦合等离子体质谱法》(SN/T 2288-2009)，使用岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪测定了化妆品中的多种微量元素含量。实验结果表明，该方法所有元素线性良好 ($r > 0.99939$)，方法检出限低 (0.20~6.0 µg/kg)，加标回收率高 (91~112%)，测试精密度好 ($RSD < 4.99%$)，完全满足化妆品中多种微量元素的定量分析要求。