

ICPMS-2030 测定牙膏中 10 种元素含量

ICPMS-138

摘要：参考 GB/T 38789-2020《口腔清洁护理用品 牙膏中 10 种元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》，使用岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪测定牙膏样品中 10 种元素的含量，并进行加标回收率验证。实验结果表明，该方法灵敏度高，定量准确（加标回收率在 90~103.8% 之间），可满足牙膏中多种元素含量的测定要求。

关键词：牙膏 ICPMS-2030 金属元素

随着科技发展和人们物质、文化生活各方面水平的提高，化妆和口腔清洁护理已成为人们日常生活中必不可少的内容。牙膏是人们经常使用的轻工产品，为了实现口腔清洁与护理的功效，牙膏生产过程中会添加各类成分，包括活性剂、防腐剂、香料等等。而添加物中可能存在着重金属元素，一旦过量会严重威胁人的身体健康。为确保口腔清洁护理用品和化妆品使用的安全性，国内外标准都对某些重金属的含量作了限制。新颁布的 GB/T 38789-2020《口腔清洁护理

用品 牙膏中 10 种元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》明确了牙膏中 As 等 10 种元素的测定方法。

本文参考 GB/T 38789-2020《口腔清洁护理用品 牙膏中 10 种元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》的方法，采用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 测定了市售牙膏样品中的多种元素含量，具有线性范围宽，灵敏度高，可实现多元素同时测定等优点。

■ 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 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，用超纯冲洗，干燥后备用；实验所用的 HNO₃ 和 HF 均为电子级试剂，实验用水为超纯去离子水。

■ 样品的前处理

准确称取 0.2 g (精确至 0.1 mg) 牙膏样品于聚四氟乙烯微波消解罐中, 加入 6 mL HNO₃, 混匀, 然后加入 2 mL HF, 旋紧罐盖。置于微波消解仪中进行消解 (升温程序见表 2)。消解程序完成后, 冷却至室温, 打开消解罐, 用 5 mL 水冲洗内盖, 将消解罐置于控温电热板上, 120°C 加热赶酸至净干, 冷却后将消化液转移至 50 mL 容量瓶中, 用 15 mL 水分 3 次洗涤消解罐, 洗液合并于容量瓶中, 用 5% 硝酸溶液定容至刻度, 4000 rpm 下离心 2 min, 取上清液待测。

表 2 微波消解升温程序

程序	温度 /°C	升温时间 /min	恒温时间 /min
1	0~130	10	10
2	130~165	10	5
3	165~180	10	30

■ 结果与讨论

3.1 标准曲线溶液配制

配制介质为 5% HNO₃ 的各种元素系列标准溶液于 50 mL 容量管中, 配制浓度如表 3 所示。采用在线加内标的方式, 内标元素为 ¹⁰³Rh 和 ¹⁸⁵Re, 浓度均为 100 µg/L。

表 3 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	STD5
As	75	0	1.00	5.00	10.0	50.0	100
Cd	111	0	1.00	5.00	10.0	50.0	100
Cr	52	0	1.00	5.00	10.0	50.0	100
Cu	63	0	1.00	5.00	10.0	50.0	100
Fe	57	0	50.0	250	500	2500	5000
Hg	202	0	0.05	0.25	0.50	2.50	5.00
Mn	55	0	1.00	5.00	10.0	50.0	100
Pb	208	0	1.00	5.00	10.0	50.0	100
Se	77	0	1.00	5.00	10.0	50.0	100
Ti	47	0	1.00	5.00	10.0	50.0	100

3.2 部分元素标准曲线如下：

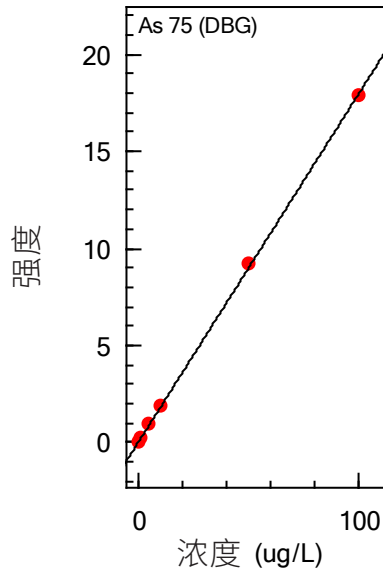


图 1 As 元素的标准曲线 $r=0.9999$;

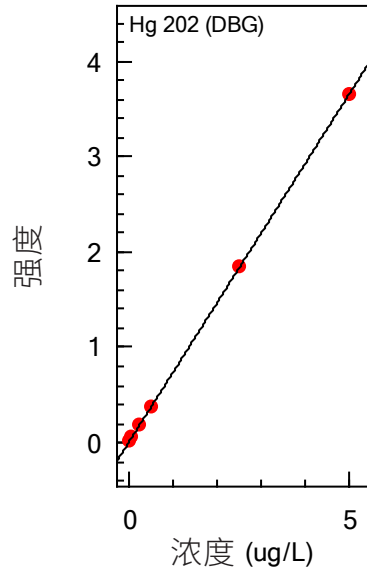


图 2 Hg 元素的标准曲线 $r=0.99999$

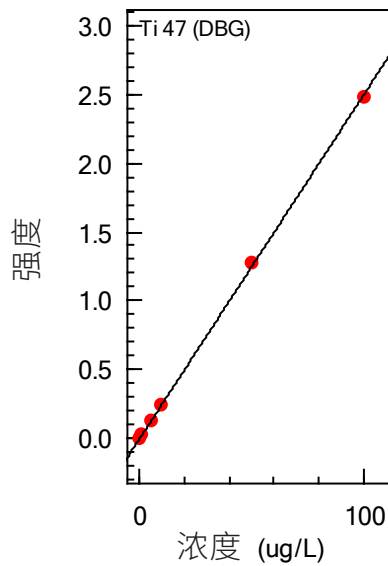


图 3 Ti 元素的标准曲线 $r=0.9999$;

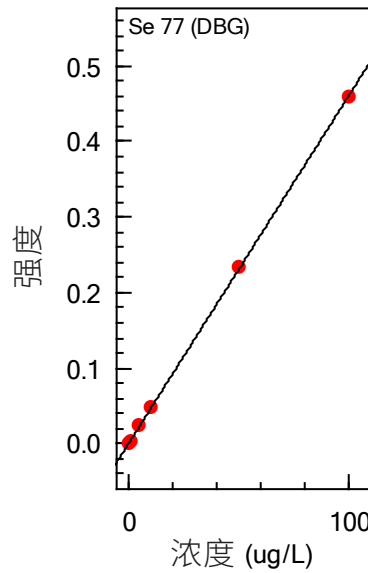


图 4 Se 元素的标准曲线 $r=0.99992$

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 0.2 g，定容体积为 50 mL 计算方法检出限，结果列于表 4。

表 4 方法检出限

元素	仪器检出限 ($\mu\text{g/L}$)	方法检出限 (mg/kg)	方法定量限 (mg/kg)	规定方法检出限 (mg/kg)	规定方法定量限 (mg/kg)
As	0.014	0.004	0.012	0.05	0.2
Cd	0.0006	0.0002	0.0006	0.05	0.2
Cr	0.025	0.007	0.020	0.1	0.3
Cu	0.012	0.003	0.010	0.1	0.3
Fe	0.174	0.044	0.145	1	3
Hg	0.007	0.002	0.006	0.05	0.2
Mn	0.004	0.001	0.004	0.1	0.3
Pb	0.014	0.004	0.012	0.05	0.2
Se	0.075	0.019	0.063	0.1	0.3
Ti	0.070	0.018	0.059	0.1	0.3

3.4 样品分析及加标回收率

使用 ICPMS-2030 碰撞模式直接测定某品牌市售牙膏中的金属元素含量，并进行加标回收实验。实验结果见表 5。

表 5 牙膏分析结果

元素	校正内标	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	样品含量 (mg/kg)	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 (%)
As	^{103}Rh	0.07	0.02	1.00	90.0
Cd	^{103}Rh	0.04	0.01	1.00	97.0
Cr	^{103}Rh	3.15	0.79	2.00	93.0
Cu	^{103}Rh	0.11	0.03	1.00	97.5
Fe	^{103}Rh	72.6	18.15	50.0	90.8
Hg	^{185}Re	0.01	0.003	0.05	103.8
Mn	^{103}Rh	5.49	1.37	1.00	90.0
Pb	^{185}Re	1.32	0.33	2.00	98.5
Se	^{103}Rh	0.26	0.06	1.00	96.0
Ti	^{103}Rh	71.5	17.88	20.0	101.0

■ 结论

参考 GB/T 38789-2020 《口腔清洁护理用品 牙膏中 10 种元素含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》，使用岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪测定了市售牙膏中 As 等 10 种元素含量。实验结果表明，该方法所有元素线性良好 ($r > 0.9994$)，方法检出限低 (0.0002~0.044 mg/kg)，远低于国家标准检出限，加标回收率良好 (90~103.8%)，测试精密度高，完全满足牙膏中多种微量元素的定量分析要求。

岛津应用云

