

ALTRACE 测定洗发液中重金属元素含量

EDX-106

摘要：本文参考 2015 年版《化妆品安全技术规范》，使用岛津最新的能量色散型 X 射线荧光光谱仪（EDX）新品 ALTRACE 分析了洗发液中重金属元素含量。该方法操作简单，分析准确，可以对多元素含量同时测定。各元素 1.0 倍限值浓度的加标回收率在 95.3~102.0% 之间，回收率良好；各元素 1.0 倍限值浓度加标样品连续 11 次测定结果 RSD 小于 5.0%，分析精度良好。

关键词：ALTRACE 洗发液 重金属 能量色散型 X 射线荧光光谱仪

技术特点：

- ❖ 样品无需处理，多种重金属元素同时分析，可有效提高样品分析效率；
- ❖ 仪器灵敏度高，可满足化妆品中重金属元素分析需求。

GB/T 29679-2013《洗发液、洗发膏》中规定，洗发液的卫生指标中的铅、汞、砷应符合《化妆品卫生规范》的规定。《化妆品安全技术规范》是原卫生部印发的《化妆品卫生规范》（2007 年版）的修订版，在 2015 年版《化妆品安全技术规范》中规定了铅、镉、汞、砷在化妆品中的限值和分析方法。其分析方法主要是石墨炉原子吸收、原子荧光等传统方法，样品处理要求高、测试周期长。不利于批量样品的快速测试，且测试结果准确度受样品处理

方法和仪器状态影响很大。

能量色散型 X 射线荧光光谱法（EDX）在元素分析中被广泛应用，其可以直接分析固体、粉末、液体等样品，通常无需特殊样品处理即可直接分析待测样品。

本文采用岛津 EDX 最新产品 ALTRACE，直接测定了洗发液中重金属元素含量。该方法无需特定样品处理，分析效率高、结果准确。

■ 实验部分

1.1 仪器

能量色散型 X 射线荧光光谱仪 ALTRACE。



1.2 仪器参数

ALTRACE 仪器分析条件见表 1。

表 1 ALTRACE 分析条件

元素	Cd	As/Pb/Hg
电压 (kV)	65	50
电流 (μA)	自动	自动
积分时间 (秒)	200	1800
滤光片	1#	5#

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线溶液配制

2015 年版《化妆品安全技术规范》中规定了铅、镉、汞、砷在化妆品中的限值见表 2。

使用 1% 硝酸作为稀释剂，采用重量法配制系列校准溶液于 50 mL 离心管中，按照化妆品中重金属元素限值浓度（以 J 表示）的 0/0.5/1/1.5/2 倍设置校准溶液浓度，各元素浓度如表 3 所示。

表 2 化妆品中重金属元素限值

元素	限值 (mg/kg)
Hg	1
Pb	10
As	2
Cd	5

表 3 标准溶液浓度及分析质量数

元素	标准曲线浓度 (mg/kg)				
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
Hg	0.00	0.50	1.00	1.50	2.00
Pb	0.00	5.00	10.0	15.0	20.0
As	0.00	1.00	2.00	3.00	4.00
Cd	0.00	2.50	5.00	7.50	10.0

2.2 元素标准曲线

测定标准溶液样品得到各元素标准线图如下，各元素线性相关系数 r 均大于 0.996，线性良好。

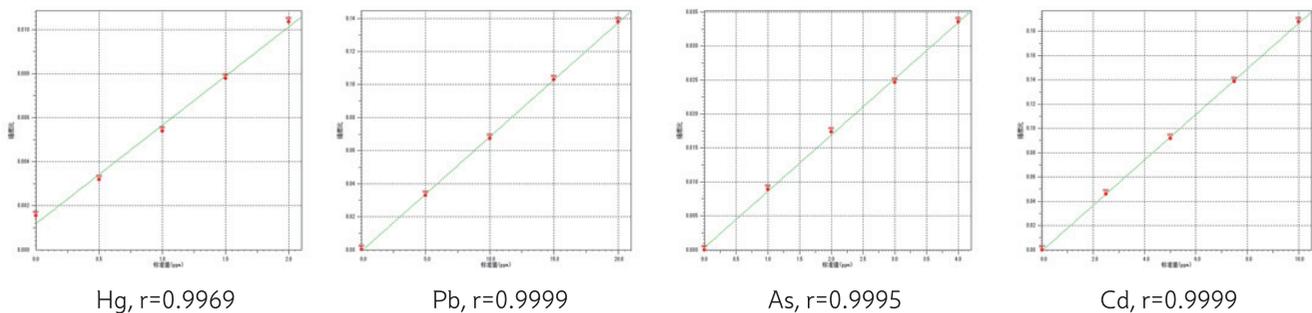


图 1 各元素标准曲线图

2.3 样品测定结果及加标回收率

吸取适量某品牌洗发水样品加入样品杯后直接上机测试。配制 50 倍各元素限值浓度的混合标液，分别向 50 毫升离心管中添加 0.25 g、0.5 g、0.75 g 后添加洗发水样品至 25 g，然后震荡混匀后作为 0.5 J、1.0 J 和 1.5 J 浓度加标样，分别吸取适量加标样于样品杯中上机测试。

洗发水样品及加标样谱图轮廓见图 2，测定结果见表 4。样品中各元素均未检出。不同浓度加标回收率结果在 88.8%~102.7% 之间，其中 1.0 倍限值浓度的加标回收率在 95.3~102.0% 之间，回收率良好。

■ 结论

使用岛津 EDX 最新产品 ALTRACE 分析了洗发液中重金属元素含量。该方法操作简单，分析准确，可以对多元素含量进行同时测定。各元素限值浓度的加标回收率在 95.3~102.0% 之间，回收率良好，各元素 1.0 倍限值浓度加标样品连续 11 次测定结果 RSD 小于 4.2%，分析精度良好，适用于化妆品中重金属元素分析中的应用。