

# ICPMS-2030 测定化妆品中的稀土元素含量

## ICPMS-155

**摘要：**本文参考《化妆品安全技术规范》（2015年版）对化妆品中稀土元素的测定方法，利用电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）测定了市售某品牌卸妆水、睫毛膏及保湿精华中钕等 15 种稀土元素的含量。实验结果表明：各元素的相关系数  $r > 0.9996$ ，加标回收率在 90~112% 之间，该方法操作简便、快速，样品前处理简单，可以满足化妆品中稀土元素的测定需求。

**关键词：**ICP-MS 化妆品 稀土元素

稀土元素（RE）是周期表中 III B 族钪、钇和镧系共 17 种元素的总称，在化妆品、农业肥料、工业材料以及催化剂等方面都有着广泛的应用。

自然界中稀土元素广泛存在，在化妆品生产过程中可能会有微量混入。有的稀土元素能够提高化妆品的性能，如增强防晒和美白效果而成为化妆品中的常用矿物添加剂。但过量的稀土元素会破坏 DNA 分子结构损害动物肝脏，从而引起生理学病变。长期过量摄入稀土元素对儿童的智力和注意力等方面也会有显著

影响。化妆品中的稀土元素主要是通过擦拭、涂抹后由皮肤渗透进入人体，《化妆品安全技术规范》（2015年版）将钕等 15 种稀土元素规定为限用成分。因此，化妆品中稀土元素的检测尤为重要。

本文参考《化妆品安全技术规范》（2015年版），使用岛津 ICPMS-2030 测定了化妆品中钕等 15 种稀土元素含量。该方法操作简单，定量准确，可以满足化妆品中稀土元素的测定需求。

## ■ 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 实验器皿及试剂

实验所用器皿分别为塑料或玻璃材质，使用硝酸溶液（1+1）浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用  $\text{HNO}_3$  为优级纯试剂， $\text{H}_2\text{O}_2$  为电子级别，实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 样品前处理

准确称取 0.3 g（精确到 0.0001 g）试样，置于清洗好的聚四氟乙烯消解罐内，加入 5 mL  $\text{HNO}_3$  静止过夜，充分作用。然后再加入 1 mL  $\text{H}_2\text{O}_2$  晃动几下混合均匀后至于微波消解仪中进行微波消解。表 1 为微波消解所使用的升温程序。消解完毕后取出，冷却，开罐。将样品转移至 50 mL 容量瓶中，用水洗涤消解罐数次定容至容量瓶中，备用。

表 1 消解温度时间程序

温度 (°C)	升温时间 (min)	保持时间 (min)
120	5	3
160	5	3
180	5	20

## 1.4 仪器参数

ICP-MS 仪器分析条件见表 2。

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	9.0 L/min
辅助气	1.10 L/min	载气	0.70 L/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器	同心雾化器
雾化室	旋流雾室	雾化室温度	5°C
采样深度	5.0 mm	高频频率	27.12 MHz
碰撞气	He	碰撞气流速	6 mL/min
池电压	-21 V	能量过滤器电压	7.0 V

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准曲线溶液配制

利用 1% 硝酸溶液配制空白溶液和各个元素混合标准溶液，各元素的标准溶液浓度见表 3。内标元素 Rh、Re 浓度均为 50 µg/L，采用内标组件在线添加。

表 3 标准曲线溶液浓度系列

元素	STD1(µg/L)	STD2(µg/L)	STD3(µg/L)	STD4(µg/L)	STD5(µg/L)	STD6(µg/L)
Ce	0	0.5	1	5	10	20
Dy	0	0.5	1	5	10	20
Er	0	0.5	1	5	10	20
Eu	0	0.5	1	5	10	20
Gd	0	0.5	1	5	10	20
Ho	0	0.5	1	5	10	20
La	0	0.5	1	5	10	20
Lu	0	0.5	1	5	10	20
Nd	0	0.5	1	5	10	20
Pr	0	0.5	1	5	10	20
Sm	0	0.5	1	5	10	20
Tb	0	0.5	1	5	10	20
Tm	0	0.5	1	5	10	20
Y	0	0.5	1	5	10	20
Yb	0	0.5	1	5	10	20

## 2.2 部分元素标准曲线

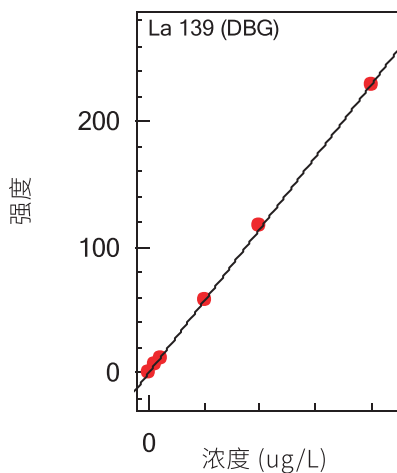


图 1 La 元素的标准曲线  $r=0.99990$

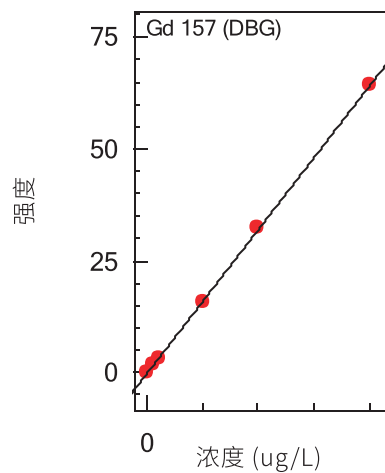


图 2 Gd 元素的标准曲线  $r=0.99998$

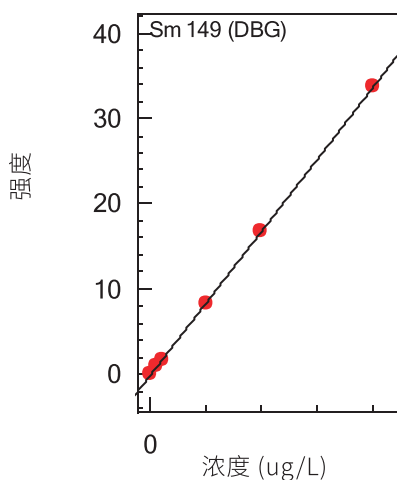


图 3 Sm 元素的标准曲线  $r=0.99997$

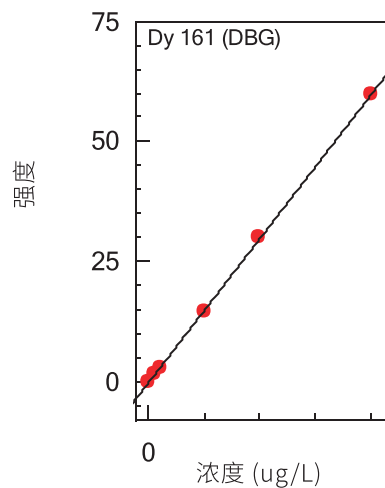


图 4 Dy 元素的标准曲线  $r=0.99995$

## 2.3 样品分析及加标回收率

取市售某品牌卸妆水、睫毛膏及保湿精华，按照前处理方法处理样品，测定样品中的各稀土元素含量，每个样品重复测定 3 次；同时进行样品加标回收实验，然后计算加标回收率，以便更全面系统的考察方法准确性。

表 4 卸妆水分析结果及加标回收率

分析元素	内标元素	分析结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标回收率 (%)	RSD ( $n=3$ , %)
$^{140}\text{Ce}$	$^{103}\text{Rh}$	N.D.	1	102.2	4.16
$^{161}\text{Dy}$	$^{185}\text{Re}$	N.D.	1	95.4	3.11
$^{166}\text{Er}$	$^{185}\text{Re}$	N.D.	1	97	2.56
$^{153}\text{EU}$	$^{185}\text{Re}$	N.D.	1	94.4	3.31
$^{157}\text{Gd}$	$^{185}\text{Re}$	N.D.	1	93.3	3.34
$^{165}\text{Ho}$	$^{185}\text{Re}$	N.D.	1	98.4	3.2
$^{139}\text{La}$	$^{103}\text{Rh}$	N.D.	1	101.8	4.06

<sup>175</sup> Lu	<sup>185</sup> Re	N.D.	1	100	2.46
<sup>146</sup> Nd	<sup>185</sup> Re	N.D.	1	90.3	3.82
<sup>141</sup> Pr	<sup>185</sup> Re	N.D.	1	104.4	4.41
<sup>149</sup> Sm	<sup>185</sup> Re	N.D.	1	92.7	1.07
<sup>159</sup> Tb	<sup>185</sup> Re	N.D.	1	98.4	3.02
<sup>169</sup> Tm	<sup>185</sup> Re	N.D.	1	99.7	2.62
<sup>89</sup> Y	<sup>185</sup> Re	N.D.	1	98.8	4.67
<sup>172</sup> Yb	<sup>185</sup> Re	N.D.	1	98.3	3.12

备注：1、N.D. 代表未检出

表 5 睫毛膏分析结果及加标回收率

分析元素	内标元素	分析结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标回收率 (%)	RSD (n=3, %)
<sup>140</sup> Ce	<sup>103</sup> Rh	5.40	1	100	2.41
<sup>161</sup> Dy	<sup>185</sup> Re	0.11	1	98.3	0.34
<sup>166</sup> Er	<sup>185</sup> Re	0.07	1	97.6	1.68
<sup>153</sup> EU	<sup>185</sup> Re	0.02	1	102.7	2.75
<sup>157</sup> Gd	<sup>185</sup> Re	0.16	1	90.6	0.35
<sup>165</sup> Ho	<sup>185</sup> Re	0.02	1	100.5	1.29
<sup>139</sup> La	<sup>103</sup> Rh	0.97	1	108	3.08
<sup>175</sup> Lu	<sup>185</sup> Re	0.02	1	108.4	2.95
<sup>146</sup> Nd	<sup>185</sup> Re	0.81	1	90.3	2.6
<sup>141</sup> Pr	<sup>185</sup> Re	0.22	1	112	3.13
<sup>149</sup> Sm	<sup>185</sup> Re	0.15	1	97.6	1.64
<sup>159</sup> Tb	<sup>185</sup> Re	0.02	1	100	0.76
<sup>169</sup> Tm	<sup>185</sup> Re	0.01	1	100.8	0.24
<sup>89</sup> Y	<sup>185</sup> Re	0.78	1	99	3.08
<sup>172</sup> Yb	<sup>185</sup> Re	0.08	1	98.6	1.13

备注：1、N.D. 代表未检出

表 6 保湿精华分析结果及加标回收率

分析元素	内标元素	分析结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标回收率 (%)	RSD (n=3, %)
<sup>140</sup> Ce	<sup>103</sup> Rh	N.D.	1	95.7	1.31
<sup>161</sup> Dy	<sup>185</sup> Re	N.D.	1	92.1	2.23
<sup>166</sup> Er	<sup>185</sup> Re	N.D.	1	92.3	0.86
<sup>153</sup> EU	<sup>185</sup> Re	N.D.	1	91.8	2.1
<sup>157</sup> Gd	<sup>185</sup> Re	N.D.	1	91.5	1.07
<sup>165</sup> Ho	<sup>185</sup> Re	N.D.	1	95.1	1.36
<sup>139</sup> La	<sup>103</sup> Rh	N.D.	1	93.9	2.76
<sup>175</sup> Lu	<sup>185</sup> Re	N.D.	1	95.1	1.88
<sup>146</sup> Nd	<sup>185</sup> Re	N.D.	1	90.1	0.72

<sup>141</sup> Pr	<sup>185</sup> Re	N.D.	1	95.9	1.72
<sup>149</sup> Sm	<sup>185</sup> Re	N.D.	1	91.4	2.38
<sup>159</sup> Tb	<sup>185</sup> Re	N.D.	1	95.1	1.21
<sup>169</sup> Tm	<sup>185</sup> Re	N.D.	1	95.7	0.83
<sup>89</sup> Y	<sup>185</sup> Re	N.D.	1	96.1	2.95
<sup>172</sup> Yb	<sup>185</sup> Re	N.D.	1	93.1	0.8

备注：1、N.D. 代表未检出

按照实验方法，对空白溶液重复测定 11 次，取 3 倍强度的标准偏差除以曲线斜率求得各元素在溶液中的检出限；根据称样量 0.3 g，定容体积 50 mL 求得该方法的检出限及定量限，见表 7。

表 7 各元素检出限及定量限

分析元素	仪器检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	仪器定量限 ( $\mu\text{g/L}$ )	方法检出限 ( $\mu\text{g/kg}$ )	方法定量限 ( $\mu\text{g/kg}$ )
<sup>140</sup> Ce	0.0012	0.0037	1.18	3.9
<sup>161</sup> Dy	0.0002	0.0005	0.46	1.5
<sup>166</sup> Er	0.0001	0.0003	0.24	0.8
<sup>153</sup> EU	0.0001	0.0002	0.22	0.72
<sup>157</sup> Gd	0.0003	0.0009	0.42	1.4
<sup>165</sup> Ho	0.0001	0.0002	0.14	0.46
<sup>139</sup> La	0.0004	0.0013	0.86	2.88
<sup>175</sup> Lu	0.0002	0.0005	0.14	0.46
<sup>146</sup> Nd	0.0008	0.0025	1.12	3.68
<sup>141</sup> Pr	0.0002	0.0005	0.38	1.24
<sup>149</sup> Sm	0.0003	0.0009	0.5	1.64
<sup>159</sup> Tb	0.0001	0.0003	0.18	0.56
<sup>169</sup> Tm	0.0001	0.0002	0.16	0.52
<sup>89</sup> Y	0.0033	0.0108	0.72	2.36
<sup>172</sup> Yb	0.0001	0.0003	0.3	1

分析结果显示，岛津 ICPMS-2030 质谱仪测定化妆品中的稀土元素含量，各元素的测定结果稳定性高，准确性好，加标回收率在 90.1~112% 之间，能够满足化妆品中 15 种稀土元素的快速分析。

## ■ 结论

本文参考《化妆品安全技术规范》（2015 年版）对化妆品中稀土元素的测定方法，利用电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）测定了化妆品中钆等 15 种稀土元素的含量。元素线性关系及重复性好（ $n=3$ ， $RSD<4.5\%$ ），定量准确，各元素的相关系数  $r > 0.9996$ ，加标回收率在 90.1~112% 之间。该方法操作简便、快速，样品前处理简单，可以满足化妆品中稀土元素含量的测定需求。

岛津应用云

