

ICPMS-2030 测定化妆品中的多种元素含量

ICPMS-102

摘要：参考《化妆品安全技术规范》（2015年版），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（加标回收率高 91~111%），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作用。电

感耦合等离子体质谱仪（ICPMS）在化妆品元素分析上具有独特优势。国家《化妆品安全技术规范》（2015年版）就规定了对化妆品中元素进行测定的方法。

本文参考规范的方法，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多种元素含量，具有线性范围宽，灵敏度高，可实现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 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，用超纯冲洗，干燥后备用；实验所用的 HNO₃ 和 H₂O₂ 均为优级纯试剂，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, 然后盖上消解罐盖, 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, 打开消解罐, 用 1% HNO₃ 溶液将消解液转移至 50 mL 容量管中, 定容至刻度线, 摇匀, 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 容量管中, 配制浓度如表 1 所示。采用在线加内标的方式, 内标元素为 ¹⁰³Rh 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
Ag	107	0	1	2	5	10
As	75	0	1	2	5	10
Ba	137	0	1	2	5	10
Be*	9	0	1	2	5	10
Bi	209	0	1	2	5	10
Cd	111	0	1	2	5	10
Ce	140	0	1	2	5	10
Co	59	0	1	2	5	10
Cr	52	0	1	2	5	10
Cs	133	0	1	2	5	10
Cu	63	0	1	2	5	10
Dy	163	0	1	2	5	10
Er	166	0	1	2	5	10
Eu	153	0	1	2	5	10
Gd	157	0	1	2	5	10
Hg	202	0	1	2	5	10
Ho	165	0	1	2	5	10
In	115	0	1	2	5	10
La	139	0	1	2	5	10
Li*	7	0	1	2	5	10
Lu	175	0	1	2	5	10
Mn	55	0	1	2	5	10
Nd	146	0	1	2	5	10
Ni	60	0	1	2	5	10
Pb	208	0	1	2	5	10
Pr	141	0	1	2	5	10

Rb	85	0	1	2	5	10
Sc	45	0	1	2	5	10
Sm	147	0	1	2	5	10
Sr	88	0	1	2	5	10
Tb	159	0	1	2	5	10
Th	232	0	1	2	5	10
Tl	205	0	1	2	5	10
Tm	169	0	1	2	5	10
V	51	0	1	2	5	10
Y	89	0	1	2	5	10
Yb	172	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：

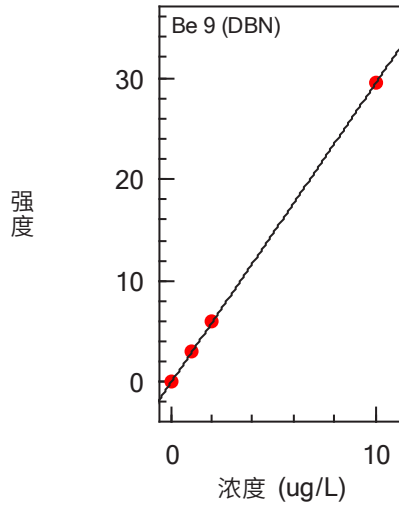


图 1 Be 元素的标准曲线 $r=1.0000$

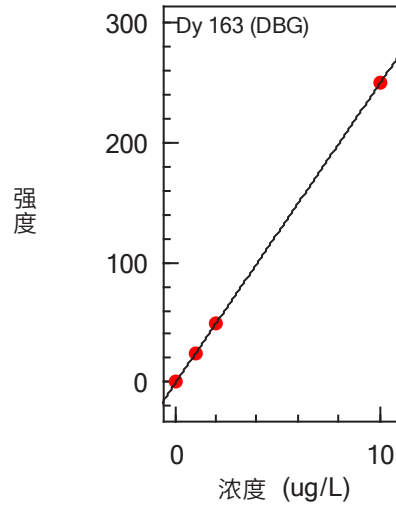


图 2 Dy 元素的标准曲线 $r=0.99999$

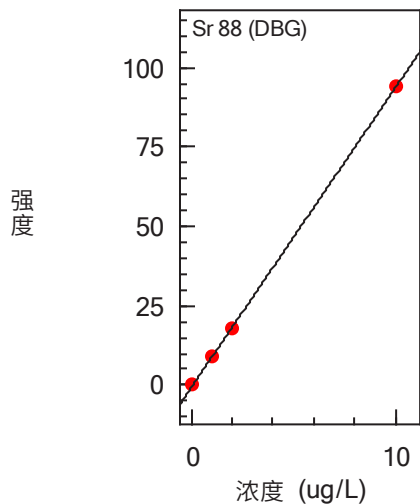


图 3 Sr 元素的标准曲线 $r=0.99999$

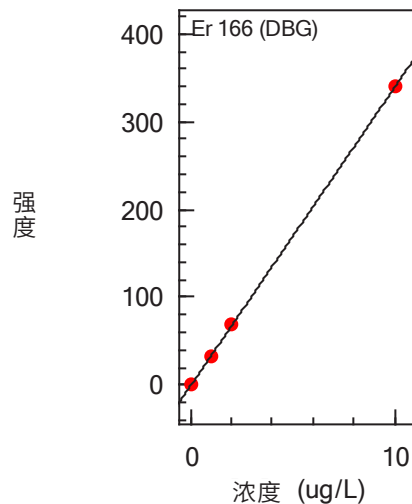


图 4 Er 元素的标准曲线 $r=1.0000$

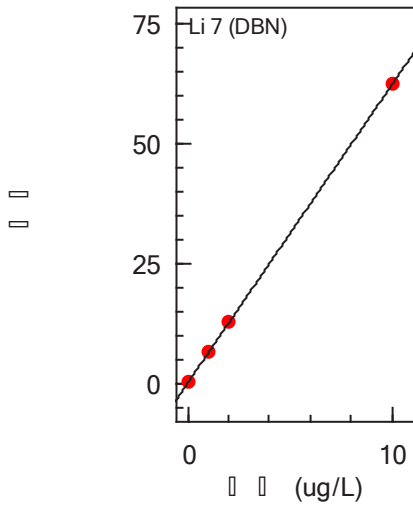


图 5 Li 元素的标准曲线 $r=0.99999$

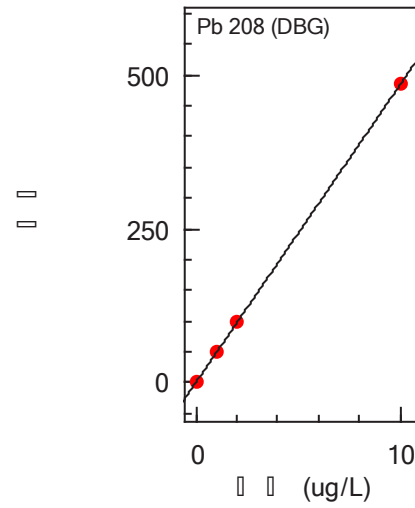


图 6 Pb 元素的标准曲线 $r=0.99999$

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 ($\mu\text{g/kg}$)	元素	仪器检出限 ($\mu\text{g/L}$)	方法检出限 ($\mu\text{g/kg}$)
Ag	0.0026	0.427	Li*	0.0166	2.767
As	0.0093	1.555	Lu	0.0005	0.077
Ba	0.0043	0.710	Mn	0.0374	6.233
Be*	0.0016	0.260	Nd	0.0010	0.167
Bi	0.0029	0.477	Ni	0.0060	0.995
Cd	0.0013	0.212	Pb	0.0020	0.332
Ce	0.0003	0.046	Pr	0.0002	0.028
Co	0.0013	0.219	Rb	0.0043	0.717
Cr	0.0115	1.915	Sc	0.0185	3.083
Cs	0.0011	0.178	Sm	0.0021	0.350
Cu	0.0365	6.083	Sr	0.0034	0.567
Dy	0.0002	0.040	Tb	0.0006	0.095
Er	0.0001	0.029	Th	0.0003	0.042
Eu	0.0001	0.022	Tl	0.0010	0.167
Gd	0.0005	0.086	Tm	0.0001	0.010
Hg	0.0081	1.351	V	0.0040	0.667
Ho	0.0006	0.105	Y	0.0005	0.093
In	0.0009	0.158	Yb	0.0004	0.075
La	0.0002	0.045			

注：1、* 为使用 No Gas 模式

3.4 样品分析及加标回收率

使用 ICPMS-2030 直接测定保湿啫喱中的金属元素含量，并进行加标回收实验。实验结果见表 3。

表 4 保湿啫喱分析结果

元素	校正内标	测定结果 (μg/L)	样品含量 (μg/kg)	加标浓度 (μg/L)	加标回收率 (%)
Ag	¹⁰³ Rh	0.42	70.5	0.50	100
As	¹⁰³ Rh	0.17	28.8	0.50	106.6
Ba	¹⁸⁵ Re	0.66	109.3	1.00	103.4
Be*	¹⁰³ Rh	0.05	8.6	0.50	97.0
Bi	¹⁸⁵ Re	ND	ND	0.50	108
Cd	¹⁰³ Rh	0.05	7.8	0.50	95.2
Ce	¹⁰³ Rh	0.03	5.3	0.50	101.4
Co	¹⁰³ Rh	0.07	10.8	0.50	101.6
Cr	¹⁰³ Rh	0.33	55.2	0.50	98.4
Cs	¹⁰³ Rh	ND	ND	0.50	100.7
Cu	¹⁰³ Rh	0.65	114.2	1.00	90.8
Dy	¹⁸⁵ Re	ND	ND	0.50	105.3
Er	¹⁸⁵ Re	ND	ND	0.50	108.4
Eu	¹⁸⁵ Re	ND	ND	0.50	110.9
Gd	¹⁸⁵ Re	ND	ND	0.50	103.2
Hg	¹⁸⁵ Re	ND	ND	0.50	100.8
Ho	¹⁸⁵ Re	ND	ND	0.50	110.4
In	¹⁰³ Rh	0.03	4.3	0.50	101.4
La	¹⁰³ Rh	0.06	10.5	0.50	101.5
Li*	¹⁰³ Rh	0.004	0.65	0.50	101.2
Lu	¹⁸⁵ Re	ND	ND	0.50	105.9
Mn	¹⁰³ Rh	4.95	825	2.00	97.0
Nd	¹⁸⁵ Re	0.01	2.1	0.50	101.4
Ni	¹⁰³ Rh	0.32	53.3	0.50	100.6
Pb	¹⁸⁵ Re	0.17	28.5	0.50	107.6
Pr	¹⁰³ Rh	0.04	7.0	0.50	98.7
Rb	¹⁰³ Rh	ND	ND	0.50	99.5
Sc	¹⁰³ Rh	0.03	4.4	0.50	98.7
Sm	¹⁸⁵ Re	ND	ND	0.50	103
Sr	¹⁰³ Rh	0.08	13.9	0.50	103.5
Tb	¹⁸⁵ Re	ND	ND	0.50	108.4
Th	¹⁸⁵ Re	0.03	4.7	0.50	96.2
Tl	¹⁸⁵ Re	ND	ND	0.50	109.0

Tm	¹⁸⁵ Re	ND	ND	0.50	110.9
V	¹⁰³ Rh	ND	ND	0.50	100.2
Y	¹⁰³ Rh	0.03	5.1	0.50	99.4
Yb	¹⁸⁵ Re	ND	ND	0.50	108.0

注：1、* 为使用 No Gas 模式 2、ND 表示未检出

■ 结论

参考标准《化妆品安全技术规范》（2015年版），使用岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪测定了化妆品保湿啫喱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（ $r > 0.9997$ ），方法检出限低（0.010~6.233 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ），加标回收率高（91~111%），测试精密度好，完全满足化妆品中多种微量元素的定量分析要求。