

湿法消解测定液态和霜状类化妆品中的铅镉锑含量

ICP-055

摘要：参考中华人民共和国化妆品卫生规范，采用酸消解萃取的前处理方式，电感耦合等离子体发射光谱测定了化妆品、美白霜中的铅、镉、锑含量，实验结果表明，这三个元素在 0 ~ 100 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内有良好的线性关系，相关系数 $r \geq 0.9996$ ，铅、镉、锑的检出限分别是 1.9 $\mu\text{g/L}$ 、0.19 $\mu\text{g/L}$ 、4.7 $\mu\text{g/L}$ ，加标回收率在 86% ~ 98% 之间，该方法具有灵敏度高，测定快速的特点，可以满足化妆品中金属元素限值的要求。

关键词：ICP-AES 化妆品 铅 镉 锑

化妆品中有一些重金属杂质是不可避免的，因为这些元素在自然界中普遍存在，另一方面，出于美白、祛斑等功效，许多化妆品都人为添加铅、砷、镉等化学成分，这些重金属对人体的危害非常大。比如，铅会引起慢性神经中毒症状，砷对蛋白质及多种氨基酸均具有很强的亲和力，会引起神经系统及周围神经的改变，表现为手脚麻木、四肢无力、疼痛等症状，皮肤上可能还有黑变，以及色素沉着。加拿大卫生标准中规定，铅 ≤ 10

mg/kg、砷 ≤ 3 mg/kg、镉 ≤ 3 mg/kg、锑 ≤ 5 mg/kg、汞 ≤ 3 mg/kg；美国要求铅含量不得高于 20 mg/kg，欧盟更是要求不得高于 10 mg/kg，而我国《化妆品卫生规范》中规定不得高于 40 mg/kg；对于砷，美国为 3 mg/kg，欧盟是 2 mg/kg，我国为 10 mg/kg。2013 年 7 月 11 日开始执行的欧盟化妆品法规 (EC)No 1223/20092 对于金属元素的限值会有更苛刻的要求。所以对于化妆品中有害金属元素的测定显得尤为重要。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪

1.2 实验器皿及试剂

浓硝酸： $\rho(\text{HNO}_3)=1.42$ g/mL，优级纯

1.3 样品的前处理

准确称取混匀试样 0.5 ~ 1.0 g 于 100 mL 烧杯中，

样品如含有乙醇等有机溶剂，先在电热板上低温挥发，再加入数粒玻璃珠，然后加入 10 mL 优级纯的硝酸，由低温至高温加热消解（注意爆沸），当消解液体积减少到 2 ~ 3 mL 时，移去热源，冷却，将消解液转移至 50 mL 容量瓶中，用纯水定容至刻度，然后将消解液过滤后上机测试。同时做空白实验。

结果与讨论

2.1 仪器参数

仪器工作条件见表 1

表 1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	矩管类型	雾化室	等离子气流速 (L/min)	辅助气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频功率 (kW)	曝光时间 (s)
轴向	同心	微型	旋流	14	1.2	0.7	1.2	40

2.2 标准曲线的制作

各标准点浓度如下表 2 所示

表 2 仪器工作条件

元素	标准曲线浓度(μg/L)			
Pb	0	20	50	100
Cd	0	20	50	100
Sb	0	20	50	100

标准曲线如下

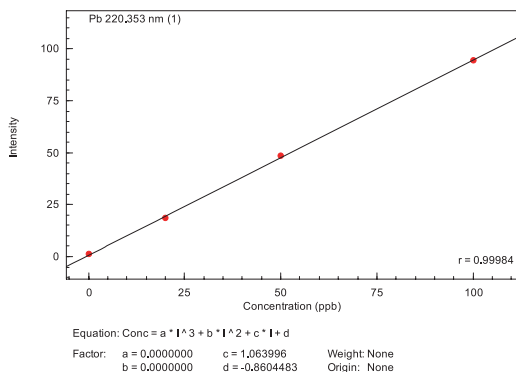


图 1 铅的标准曲线图

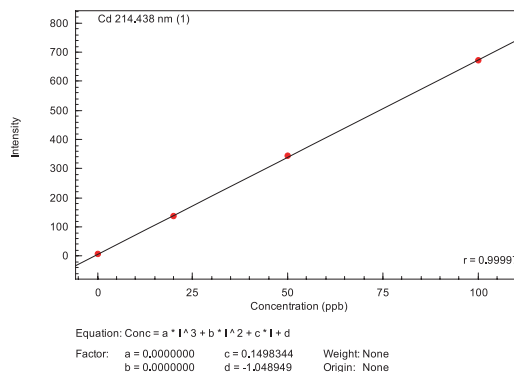


图 2 镉的标准曲线图

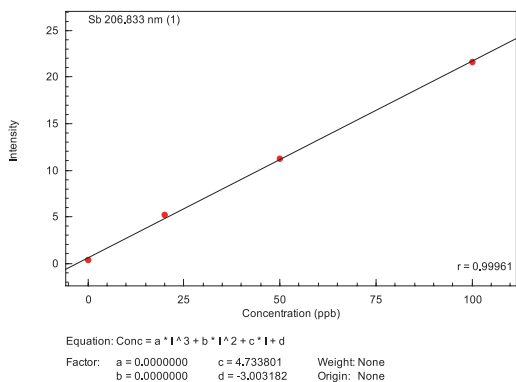


图 3 锑的标准曲线图

2.4 谱线轮廓图

各元素的轮廓图如下:

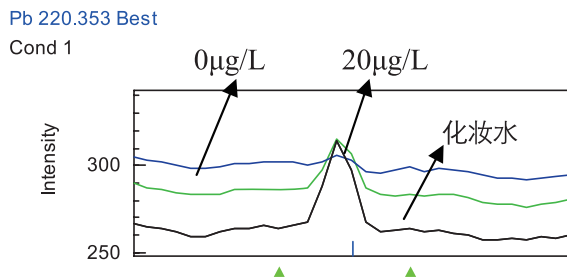


图 4 铅的谱峰轮廓图(化妆水)

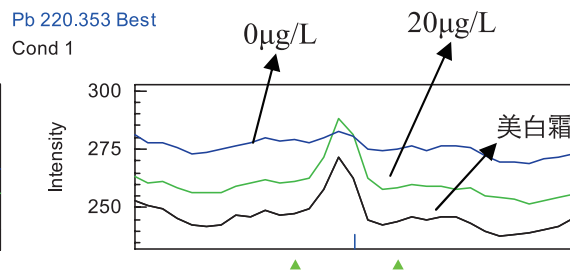


图 5 铅的谱峰轮廓图(美白霜)

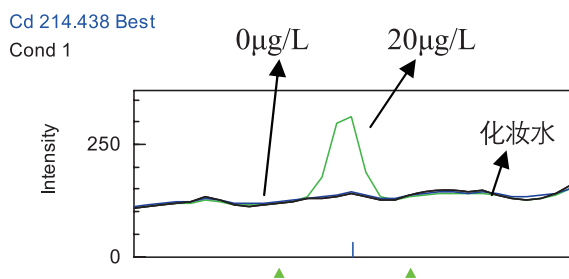


图 6 镉的谱峰轮廓图(化妆水)

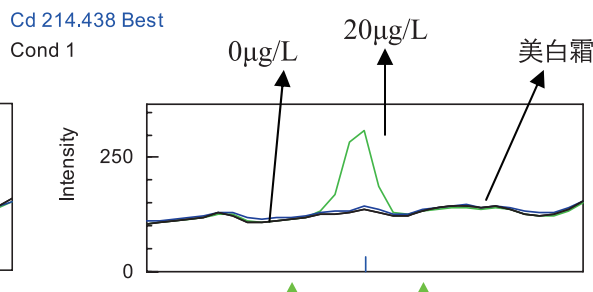


图 7 镉的谱峰轮廓图(美白霜)

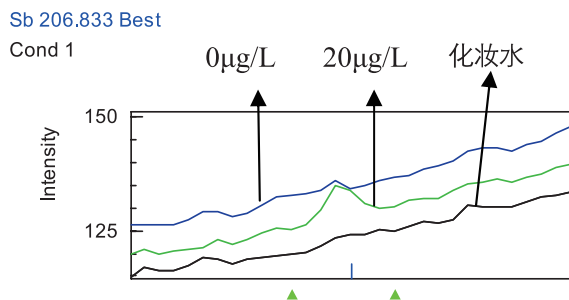


图 8 锑的谱峰轮廓图(化妆水)

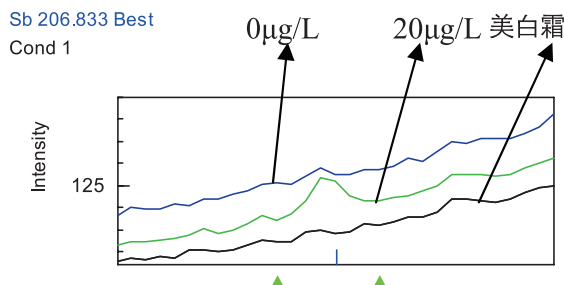


图 9 锑的谱峰轮廓图(美白霜)

2.5 方法检出限

利用工作曲线对样品空白溶液进行 10 次测定，以 3 倍空白溶液浓度的标准偏差算得铅、镉、锑的仪器检出限分别为 1.9 $\mu\text{g/L}$ 、0.19 $\mu\text{g/L}$ 、4.7 $\mu\text{g/L}$ 。

2.6 样品测定结果及加标回收率

分别取 200 μL 10 mg/L 的铅和锑的标准溶液，50 μL 10 mg/L 镉的标准溶液于 100 mL 的烧杯中，然后低温加热蒸干，再称量相当量的样品按同样的方法进行前处理，样品测定结果及加标回收率结果见表 3。

 表3 样品测定结果及加标回收率(单位: $\mu\text{g/L}$)

样品名称	测定元素	测定值	加标量	加标后测定结果	回收率(%)
化妆水	铅	30.6	40	66.8	90.5
	镉	0.27	10	9.9	96.3
	锑	1.71	40	40.9	98
美白霜	铅	15.7	40	50.6	87.3
	镉	N.D	10	9.07	90.7
	锑	N.D	40	34.5	86.3

结论

采用酸消解萃取的前处理方式，电感耦合等离子体发射光谱测定了化妆水、美白霜中的铅、镉、锑含量，实验结果表明，这三个元素在 0 ~ 100 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内有良好的线性关系，相关系数 $r \geq 0.9996$ ，铅、镉、锑的检出限分别是 1.9 $\mu\text{g/L}$ 、0.19 $\mu\text{g/L}$ 、4.7 $\mu\text{g/L}$ ，加标回收率在 86% ~ 98% 之间，该方法具有灵敏度高，测定快速的特点，可以满足化妆品中金属元素限值的要求。