

iCAP Q ICPMS测定化妆品中Be Cr Cd Te Nd Tl As和Pb等有害金属元素含量

赛默飞世尔科技（中国）应用中心，痕量元素分析

禹重科技® ÜZONGLAB

简介

化妆品是与人们日常生活紧密相关的轻化工产品，若化妆品配方或生产工艺中引入过量重金属元素，将严重地威胁消费者的健康，因此对化妆品中有害成分的检验就显得尤为必要。近年来，随着对金属元素毒理研究的深入，化妆品中需要关注的有害元素种类不断增多，各国均出台了各种相关条例对化妆品的卫生化学指标和禁用、限用物质作了严格规定，如砷（As）、铅（Pb）、铬（Cr）、铍（Be）、镉（Cd）、锑（Sb）、铊（Tl）等，长期接触过度引入上述元素的化妆品，会对人体造成一定的伤害。对于化妆品中各元素的测定，如分光光度法、原子吸收法等，方法手续繁琐、分析周期长。ICPMS作为准确、快速、灵敏度高的多元素检测技术得到了越来越多的应用和发展。

本文采用iCAP Q ICPMS，针对多种类型市售化妆品样品，采用微波消解处理样品，ICPMS法同时测定了样品中的多种金属有害元素，该方法不仅可以简单快捷，而且灵敏度高、分析速度快、消耗样品量少、动态线性范围宽，大大满足了法规的要求，适用于各种种类的化妆品中有害金属元素的测定。

仪器介绍

Thermo Scientific iCAP™ Q ICP-MS非同凡响

iCAP™ Q ICP-MS具备多项优异特点，能轻松胜任所有分析工作

源于用户灵感设计，采用了全新的先进工艺和突破性的技术，是ICP-MS发展过程中的革命性进步。

比其它任何系统都更易使用、更易维护，而且具备更强的分析能力。

无论您进行常规分析还是前沿研究，均可为您提供值得信赖的分析结果。



方法提要

粉霜、膏状化妆品共7种，采用微波消解前处理技术，简化了实验步骤，采用iCAP Q ICPMS同时分析不同基质样品中Be、Cr、Cd、Te、Nd、Tl、As、Pb，方法简便快捷，仅用内标即可校正样品基质变化对待测元素的影响，检出限低，满足化妆品有害金属元素质控要求。

实验部分

仪器

- iCAP Q ICPMS（Thermo Scientific）
- 超纯水机（Fisher Scientific）；
- 微波消解仪（CEM）
- 万分之一天平；
- 电热板；

试剂及标准品

- 高纯硝酸（Trace Metal Grade, Fisher Scientific）；
- 元素标准溶液（SPEX）
- 20~100 μL、200~1000 μL微量移液器（Fisher Scientific）；
- 50、100mL HPDE瓶（NALGENE; Fisher Scientific）；

工作溶液

元素储备液：采用1% HNO_3 逐级稀释，制成标准工作溶液。

内标工作溶液：采用2% HNO_3 介质的10ppb Li、Y、In、Bi混合溶液作为内标元素。通过iCAP Q的在线内标引入配件，加入内标。

样品前处理方法

称取0.1g样品（粉、霜、膏），置于聚四氟乙烯微波消解罐中，加入6mL的 HNO_3 和2mL的 H_2O_2 ，加盖置于电热板上预消化30min，冷却后按预先设好的微波消解程序加热消解，程序结束后，冷却至室温，打开微波消解罐，低温赶酸（小于90度），赶酸完毕后，将消解液转移至HPDE瓶中，定容至25mL混匀后静置待测。

实验中发现，对于个别厂家的具有UV防晒功能的粉霜膏类样品，单采用 HNO_3 - H_2O_2 消解体系可能无法将样品消解完全，采用 HNO_3 -HF体系即可。

仪器参数

iCAP Q ICPMS具备一键式仪器设置功能，设置后可自动运行个性化TUNE程序，并完成Performance Report。一键仪器设置和直观分析工作流程，为操作人员简化了实验步骤并避免出错，同时自动和记录监控仪器状态，确保了操作的一致性和结果的重现性。

仪器主要参数见表1.:

结果与讨论

iCAP Q ICPMS 可达到大于9个量级的动态线性范围，此方法中依据样品中待测的有害金属元素含量，将标准溶液配置成0至50ng/mL，各个元素相关系数均大于0.999。

检出限

取7次平行测定试剂空白溶液的结果，采用3倍标准偏差对应浓度，考虑到样品稀释倍数为250倍，得到检出限见下表2。

表2

元素	LOD (ng/g)	元素	LOD (ng/g)
Be	0.9	Nd	0.04
Cr	0.7	Tl	0.04
Cd	0.8	As	0.5
Te	0.05	Pb	0.3

回收率

以某粉霜样品（n=3），依次加入不同浓度元素标准溶液，得到加标回收率，结果均在90%~110%（见表3.）。

样品分析结果

对7种粉霜、膏状化妆品的分析结果如（表4.5.）：

表1

Parameter	Value	Parameter	Value
Analyzer Pressure Readback (mbar)	7.57E-07	Plasma Power (W)	1550.00
Spray Chamber Temperature (°C)	2.70	Peristaltic Pump Speed (rpm)	40.00
Cool Flow (L/min)	14.00	Auxilliary Flow (L/min)	0.80
Sampling Depth (mm)	5.00	Nebulizer Flow (L/min)	1.08
Torch Horizontal Position	-1.43	Torch Vertical Position	-0.90

表3

样品	本底测定值	RSD	加标量	测定值	RSD	回收率
Be (μg/g)	0.82	1.3	2.5	3.14	1.5	92.8 %
Cr (μg/g)	6.14	2.6	2.5	8.41	1.6	90.8 %
Nd (μg/g)	0.06	2.3	2.5	2.52	2.1	98.4 %
Pb (μg/g)	1.78	2.6	2.5	4.32	1.4	101.6 %
Te (ng/g)	0.27	2.6	100	100.5	1.2	100.2 %
Tl (ng/g)	245	2.4	100	339	1.6	94.0 %
As (ng/g)	30	2.4	100	133	1.2	103.0 %
Cd (ng/g)	6.6	2.8	100	108	1.3	101.4 %

表4

样品	9Be ($\mu\text{g/g}$)	52Cr ($\mu\text{g/g}$)	146Nd ($\mu\text{g/g}$)	208Pb ($\mu\text{g/g}$)
1#	0.005	0.002	ND(a)	ND
2#	3.6	8	0.9	5.4
3#	0.8	6.1	0.06	1.7
4#	0.1	7.5	1.5	1.4
5#	0.3	5.2	0.02	0.6
6#	0.4	10.3	6.6	ND
7#	7.3	10.2	0.1	1.9

表5

样品	75As (ng/g)	111Cd (ng/g)	125Te (ng/g)	205Tl (ng/g)
1#	ND	ND	ND	0.3
2#	147	6.1	ND	579
3#	30	6.6	0.2	245
4#	133	5.3	0.4	34
5#	49	3.1	ND	72
6#	627	8.7	0.2	ND
7#	45	2.6	ND	279

结论

本次实验选取了7种随机的不同样品基质（粉霜、膏状）化妆品，采用微波消解前处理，ICPMS分析多种有害元素，样品基质的变化只需采用在线引入的内标元素校正即可，对样品中不同浓度级别的待测元素均可一次测定完成分析，通过回收率等实验数据表明，赛默飞世尔的iCAP Q ICPMS能够完全满足此类样品的分析测试要求。

特别说明：实验用样品及测量结果无任何指导意义，仅代表实验样品。

禹重科技® UZONGLAB

成分分析仪器 | 表面测试仪器 | 样品前处理仪器

上海市闵行区春申路2525号芭洛商务大楼

电话：021-8039 4499 传真：021-5433 0867

上海|北京|沈阳|太原|长沙|广州|成都|青岛|香港

全国销售和售后服务电话：400-808-4598

邮编：201104, China

邮箱：shanghai@uzong.cn

更多信息请访问：www.uzong.cn

ThermoFisher
SCIENTIFIC



了解我们



微信公众号