

# 利用电感耦合等离子体质谱仪 分析进出口化妆品中8种金属元素

吴嘉雪, 李钰洁

(广州禾信仪器股份有限公司, 广州 510530)

**摘要:** 本文验证了禾信ICP-MS 1000对SN/T 2288-2009《进出口化妆品中铍、镉、铊、铬、砷、碲、钕、铅的检测方法电感耦合等离子体质谱法》标准方法的适用性。结果显示, 在标准规定的曲线浓度范围内线性关系优异, 加标回收率范围80.3%-119%, 精密度范围0.5%-9.0%, 方法检出限范围 $0.1\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ - $5.1\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ ; 表明禾信电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS 1000)性能满足SN/T 2288-2009标准方法进出口化妆品中8种金属元素的标准测定要求。

**关键词:** 化妆品; 重金属元素

目前, 化妆品中重金属元素的检测技术有原子吸收分光光度法、液相-原子荧光联用法、紫外可见光光度法及电感耦合等离子质谱法等。其中, 电感耦合等离子质谱法(ICP-MS)是目前备受青睐且先进的元素分析技术, 具有准确、快速、灵敏度高、重复性好等优势。对于化妆品中金属元素的检测评价方法及限量, 《化妆品安全技术规范》(2015版)均有明确的规定。

本文建立了微波消解-电感耦合等离子体质谱法, 依据SN/T 2288-2009《进出口化妆品中铍、镉、铊、铬、砷、碲、钕、铅的检测方法电感耦合等离子体质谱法》, 选择3种代表性的不同基质化妆品: 溶液、膏霜和粉底进行测试。通过测定检出限、精密度和准确度等指标评估验证, 证明ICP-MS 1000满足进出口化妆品中重金属元素检测的需要。

## 1 材料和方法

### 1.1 样品制备

按照 SN/T 2288-2009 要求制备样品, 称取 0.5g (精确至 0.01g) 待测样品置于微波消解仪的消解罐中。按表 1 加入消化试剂, 摇匀, 浸泡 30min。参照表 2 的消解条件, 消解程序完成后将消化液移入 50ml 容量瓶中, 用超纯水少量多次洗涤内罐, 洗液合并于容量瓶中, 用超纯水定容至刻度, 摇匀备用。同时制备试验空白。

### 1.2 提取条件

表1 不同基质化妆品消解试剂

样品类型	消解试剂
溶液	3mL HNO <sub>3</sub> , 2mL H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>
膏霜	4mL HNO <sub>3</sub> , 2mL H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>
粉底	5mL HNO <sub>3</sub> , 2mL H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>

### 1.3 消解条件

表2 微波消解程序

程 序	温 度	时 间
1	50°C	5min
2	100°C	10 min
2	200°C	20min

### 1.4 仪器条件

表3 仪器基本设定参数

仪器参数	碰撞模式 (He)
射频功率 (W)	1550
倍增器电压 (V)	1190 (正)、-1820 (负)
载气流速 (L·min <sup>-1</sup> )	1.01
碰撞气流速 (mL·min <sup>-1</sup> )	1.60
采样深度 (mm)	6.70
提取电压 (V)	-775

### 1.5 实验操作

#### 1) 仪器调谐

点燃等离子体后，仪器预热30 min。首先用1.0μg/L调谐溶液对仪器的灵敏度、氧化物和双电荷进行调谐，在仪器的灵敏度、氧化物、双电荷满足要求的条件下，调谐溶液中所含元素信号强度的相对标准偏差≤5%，然后在涵盖待测元素的质量范围内进行质量校正和分辨率校验，调谐元素信号分辨率在10%峰高所对应的峰宽0.75~0.8 amu之间。再开启He碰撞反应气，逐步增加He流量，保证仪器灵敏度在满足要求的条件下，尽量降低<sup>56</sup>Fe、<sup>80</sup>Kr元素的信号。

#### 2) 标准物质信息与标准曲线

8种元素标准物质信息见表4。使用含1%硝酸基质溶液配制标准曲线。内标浓度为100.0μg/L<sup>-1</sup>。

表4 8种金属元素标准物质信息表

序号	元 素	溶液浓度(mg·L <sup>-1</sup> ) 1)	生产厂商
----	-----	---------------------------------	------

1	铍 Be	100	AccuStandard
2	铬 Cr	100	AccuStandard
3	砷 As	100	AccuStandard
4	镉 Cd	100	AccuStandard
5	碲 Te	1000	国家有色金属及电子材料分析测试中心
6	钕 Nd	1000	国家有色金属及电子材料分析测试中心
7	铊 Tl	100	AccuStandard
8	铅 Pb	100	AccuStandard

## 2 结果与讨论

### 2.1 方法线性关系和检出限

使用 ICP-MS 1000 对 8 种金属元素的线性曲线进行测定分析。使用标准三通混合接头自动在线添加内标溶液,测试 20 个空白溶液,根据 20 个空白溶液的响应值计算标准偏差,分别以 3 倍标准偏差除以斜率作为仪器检出限,根据以下计算公式得出方法检出限。

计算公式:

$$C_{MDL} = \frac{C_{IDL} \times V}{m}$$

式中: CMDL 为方法检出限,单位  $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ ; CIDL 为仪器检出限,单位  $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ ; V 为样品定容体积,单位 mL; m 为样品质量,单位 g。

结果显示,8 种金属元素的线性相关系数 R2 均大于 0.999,方法检出限结果非常优异,完全满足 SN/T 2288-2009《进出口化妆品中铍、镉、铊、铬、砷、碲、钕、铅的检测方法电感耦合等离子体质谱法》的测定要求。

表5 标准曲线相关参数及方法检出限

元素	线性范围 ( $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ )	相关系数	实测检出限 ( $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ )	标准检出限 ( $\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ )
$^9\text{Be}$	0、0.5、1、5、10、50、100、 200	0.9996	0.9	100
$^{52}\text{Cr}$	0、0.5、1、5、10、50、100、 200	0.9994	5.1	500
$^{75}\text{As}$	0、0.5、1、5、10、50、100、 200	0.9999	2.6	500
$^{111}\text{Cd}$	0、0.5、1、5、10、50、100、 200	0.9996	0.3	100
$^{126}\text{Te}$	0、0.5、1、5、10、50、100、 200	0.9999	2.6	500
$^{142}\text{Nd}$	0、0.5、1、5、10、50、100、	0.9998	0.4	500

	200			
$^{205}\text{Tl}$	0、0.5、1、5、10、50、100、 200	0.9996	0.1	100
$^{208}\text{Pb}$	0、0.5、1、5、10、50、100、 200	0.9997	1.4	500

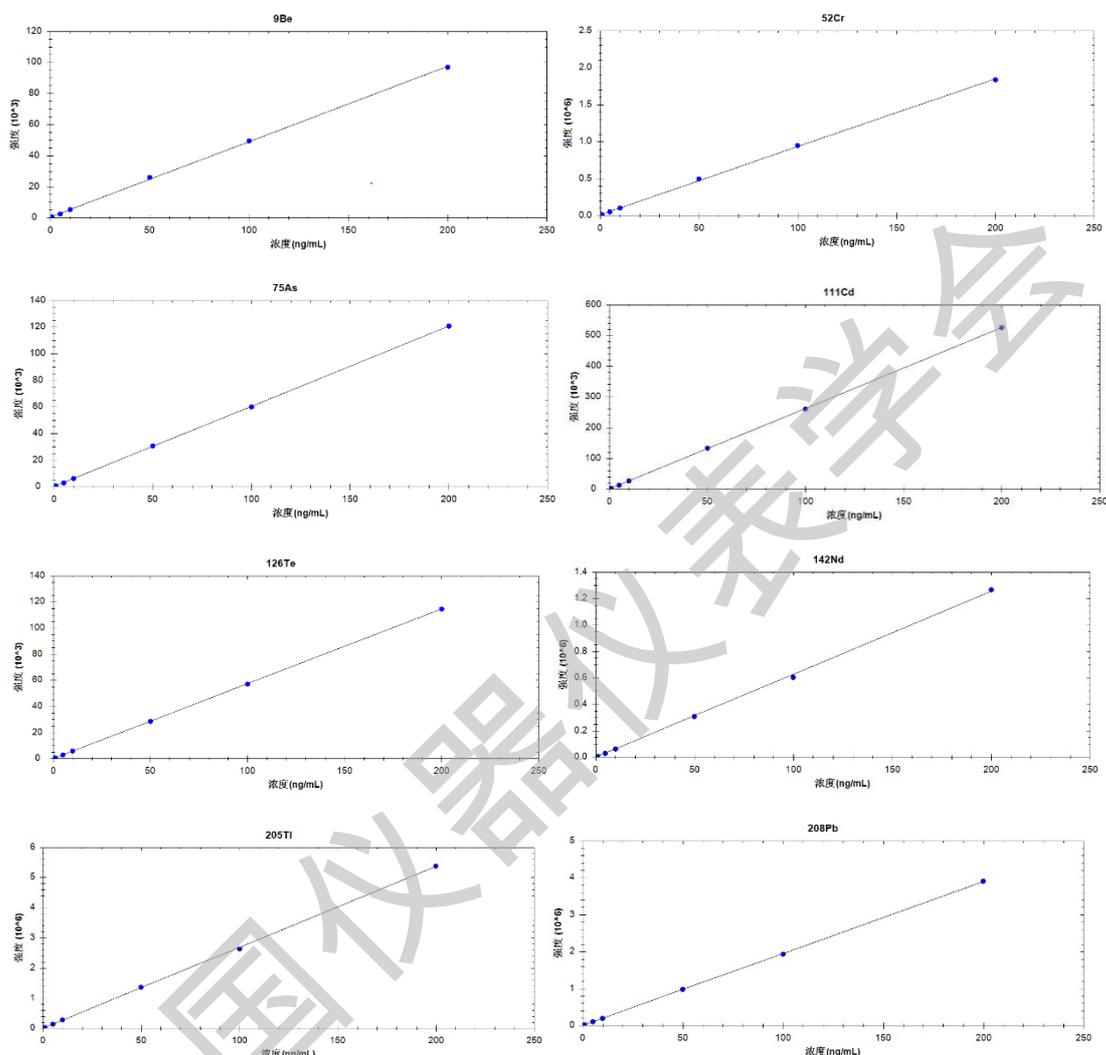


图 1 8 种金属元素的标准曲线图

## 2.2 方法的精密度和准确度

本文采用溶液、膏霜、粉底三种实际样品的加标回收试验进行精密度和准确度评估。加标回收试验采用低、中、高三个不同浓度水平，加标浓度分别为  $0.5 \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 、 $5 \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 、 $50 \mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ 。按照前处理方法进行消解，各 6 个平行。对以上溶液进行分析测试，评估测试结果得到精密度和准确度，详见表 6~表 11。

### 1) 精密度

分别对溶液、膏霜、粉底三种进出口化妆品的基质加标溶液进行分析测试，重复测试的结果用于评估精密度。结果显示，溶液基质的精密度 0.5%-6.1%，膏霜基质的精密度 0.5%-

5.9%，溶液基质的精密度 0.6%-9.0%，实验结果优异。

**表6 溶液基质中8种金属元素精密度结果**

质量数	元素	RSD (%)		
		低浓度水平	中浓度水平	高浓度水平
9	Be	5.1	2.5	1.1
52	Cr	2.3	1.6	1.4
75	As	2.8	1.7	1.3
111	Cd	2.7	1.6	1.1
126	Te	6.1	1.2	1.1
142	Nd	0.8	1.8	1.7
204	Tl	0.5	1.5	1.1
208	Pb	0.6	1.1	1.3

**表7 膏霜基质中8种金属元素精密度结果**

质量数	元素	RSD (%)		
		低浓度水平	中浓度水平	高浓度水平
9	Be	4.7	3.3	1.6
52	Cr	1.7	0.8	0.5
75	As	4.5	5.4	1.8
111	Cd	4.5	1.1	0.9
126	Te	5.9	2.3	1.7
142	Nd	1.2	2.1	1.8
204	Tl	0.6	1.4	1.3
208	Pb	0.9	1.3	1.5

**表8 粉底基质中8种金属元素精密度结果**

质量数	元素	RSD (%)		
		低浓度水平	中浓度水平	高浓度水平
9	Be	4.8	3.0	3.1
52	Cr	2.4	4.1	1.6
75	As	2.5	3.9	1.3
111	Cd	2.5	1.7	0.6
126	Te	9.0	5.7	1.7
142	Nd	1.5	1.7	2.2
204	Tl	1.5	0.8	1.3
208	Pb	1.4	1.6	1.0

## 2) 准确度

分别对溶液、膏霜、化妆品三种进出口化妆品的基质加标溶液进行分析测试，计算加标回收率用于评估准确度。结果显示，溶液基质的回收率 82.2%-110%，膏体基质的回收率 80.3%-119%，粉底基质的回收率 80.7%-119%，结果优异，符合要求。

表9 溶液基质中8种金属元素准确度结果

质量数	元素	回收率 (%)		
		低浓度水平	中浓度水平	高浓度水平
9	Be	82.4	89.4	89.1
52	Cr	105	110	104
75	As	96.6	98.2	105
111	Cd	82.2	86.0	90.6
126	Te	85.0	87.8	94.1
142	Nd	96.4	99.6	105
204	Tl	92.2	92.3	93.8
208	Pb	92.4	93.2	93.9

表10 膏霜基质中8种金属元素准确度结果

质量数	元素	回收率 (%)		
		低浓度水平	中浓度水平	高浓度水平
9	Be	88.2	85.9	85.1
52	Cr	119	91.4	89.8
75	As	117	80.3	112
111	Cd	82.2	84.2	83.7
126	Te	116	111	113
142	Nd	96.2	101	101
204	Tl	92.4	93.6	91.0
208	Pb	89.8	93.5	91.0

表11 粉底基质中8种金属元素准确度结果

质量数	元素	回收率 (%)		
		低浓度水平	中浓度水平	高浓度水平
9	Be	100	89.5	90.3
52	Cr	83.6	116	96.9
75	As	109	91.6	91.1
111	Cd	83.4	84.2	84.8
126	Te	114	88.6	80.7
142	Nd	103	108	119
204	Tl	93.2	95.9	100
208	Pb	113	93.5	104

### 3 结论

本文采用电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS 1000)，依据标准SN/T 2288-2009标准要求，分析了进出口化妆品中的8种金属元素。结果表明：在给定的曲线浓度范围内具有优异的线性关系，溶液基质的回收率82.2%-110%，膏体基质的回收率80.3%-119%，粉底基质的回收率80.7%-119%；溶液基质的精密度0.5%-6.1%，膏霜基质的精密度0.5%-5.9%，溶液基质的精密度0.6%-9.0%；方法检出限范围 $0.1\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ - $5.1\mu\text{g}\cdot\text{kg}^{-1}$ ，结果均符合标准测定要求。表明

禾信ICP-MS 1000仪器性能完全满足SN/T 2288-2009对进出口化妆品中8种金属元素测定的要求。

#### 参考文献

- [1] SN/T 2288-2009《进出口化妆品中铍、镉、铊、铬、砷、碲、钽、铅的检测方法电感耦合等离子体质谱法》
- [2] 《化妆品安全技术规范》（2015版）

中国仪器仪表教学网