

微波消解-电感耦合等离子体质谱测定口红中的铅

王茜, 逯海, 周原晶

(中国计量科学研究院化学所, 北京 100013)

Analysis of Pb in the Lipsticks Using Microwave Digestion-ICP-MS

WANG Qian, LU Hai, ZHOU Yuan-jing

(Division of Chemical Metrology and Analytical Chemistry, National Institute of Metrology, Beijing 100013, China)

Abstract: An analytical method based on microwave digestion and ICP-MS detection was developed for the determination of lead in lipsticks. The conditions of the digestion were optimized by different mix-acid and sample weight, 0.2 g sample and a mixture of $\text{HNO}_3 + \text{HF} + \text{H}_2\text{O}_2$ was found available. Its accuracy and precision were evaluated by GBW(E)090028 and two lipsticks. The results indicated that microwave-ICP-MS is accurate, sensitive and short of analytical cycle, which can meet the demand for the determining lead in lipsticks.

Key words: lead; lipsticks; microwave digestion; inductively coupled plasma-mass spectrometry (ICP-MS)

中图分类号: O 657.63

文献标识码: A

文章编号: 1004-2997 (2008) 增刊-31-02

化妆品的安全性是人们选择化妆品的首要条件之一,但目前国内广泛使用的化妆品(粉类、膏类、霜类、液剂类和染发剂类)中重金属污染比较严重。特别是2006年SK-II等国际大品牌中被查出禁用成分,国内相继发现大部分的化妆品中存在着同样问题后,人们对化妆品产生了很大的恐慌。目前,化妆品卫生规范规定了重金属的化学检验方法主要有原子吸收法、氢化物原子荧光光度法、分光光度法等^[1]。电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)是公认的高灵敏度、高准确度、高精度元素分析仪器,在未来的分析工作中比上述方法具有更广阔的应用前景。本文建立了电感耦合等离子体质谱测定铅的分析方法^[2-3]。

1 实验部分

1.1 样品预处理

称取 0.1~0.2 g (精确到 0.000 1 g) 样品,置于 100 mL 聚四氟乙烯的消解罐里,加入消解液进行微波消解。消解完毕,消解罐直接在孔式电热炉上加热,将酸赶至近干。最后用 2% 的 HNO_3 转移样品并稀释到合适浓度。

1.2 工作曲线

选样品定量分析采用外标法。用十万分之一天平称量标准物质(GBW08619)和 2% 的 HNO_3 配制标准系列曲线。标准工作曲线公式: $Y=30\ 840X+5\ 668$, 线性相关系数 $r=1.000\ 0$ 。

1.3 干扰及消除

采用钨作内标,校正由于仪器不稳以及部分基体干扰引起的信号波动。另外,内标校正法也可以部分克服基体干扰。校对方程如式(1)。

$$I_{\text{样品校正 (208Pb)}} = I_{\text{样品测量 (208Pb)}} \times \frac{I_{\text{样品测量 (205Tl)}}}{I_{\text{曲线测量 (205Tl)}}} \times \frac{C_{\text{曲线标准 (Tl)}}}{C_{\text{样品标准 (Tl)}}} \quad \text{式 (1)}$$

$I_{\text{样品, 测量 (205Tl)}}$ 指某样品中内标元素 Tl 在 205 处的信号强度/ s^{-1} ; $I_{\text{曲线, 测量 (205Tl)}}$ 指标准曲线中某标准点中内标元素 Tl 在 205 处的信号强度/ s^{-1} ; $C_{\text{曲线, 标准 (Tl)}}$ 指标准曲线中内标元素 Tl 的浓度/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$; $C_{\text{样品, 标准 (Tl)}}$ 指样品中内标元素 Tl 的浓度/ $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ 。

2 结果与讨论

2.1 不同消解液的影响

称量 0.15 g 左右的样品, 加入不同的消解液 (HNO_3 、 $\text{HNO}_3+\text{H}_2\text{O}_2$ 、 $\text{HNO}_3+\text{HF}+\text{H}_2\text{O}_2$)。在同样的温度、压力条件下, 消解样品经过试验发现, 消解液中添加少量的 HF 后, 称样量小于 0.2 g 的口红样品消解均比较彻底。

2.2 测量条件的优化

2.2.1 功率、采样深度、载气流速的优化 从图 1~3 可以看出, 功率在 1 300~1 450 W; 采样深度在 5.7~6.5 mm; 载气流速在 1.08~1.15 $\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$, 铅的信号强度相对较高。

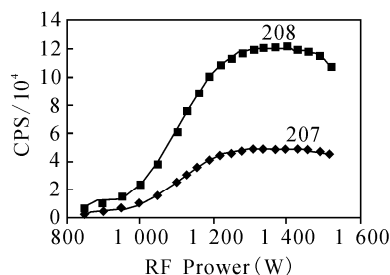


图 1 功率的优化

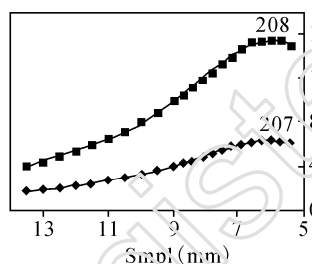


图 2 采样深度的优化

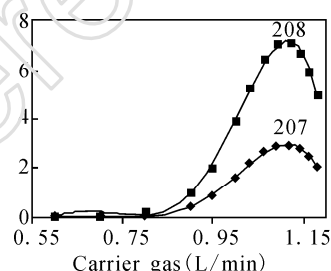


图 3 载气流速的优化

2.2.2 分析方法的精密度和准确度 平行制备 7 个样品, 以 “6 mL HNO_3 +0.5 mL HF +2 mL H_2O_2 ” 混合酸体系微波消解处理后, 计算测量结果的相对标准偏差 (RSD), 结果均小于 3.0%。

对霜类化妆品中铅成分分析标准物质 GBW(E)090028 进行分析, 测量结果 (29.9 ± 0.7) $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ 。测得值和标准参考值 (31.0 ± 2.4) $\mu\text{g}\cdot\text{g}^{-1}$ 相吻合, 说明本方法是准确可靠的。

3 结论

本研究通过前处理研究, 仪器测量条件的优化, 采用干扰方程、内标方法校正干扰, 经标准参考物质测定证明了该方法精密度好、准确度好、快速、灵敏, 适用于口红样品中铅含量的测定。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国卫生部. 化妆品卫生规范[S]. 2007.
- [2] 刘丽萍, 毛红, 张妮娜, 等. 电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS) 测定运动员食品中铅、砷、镉、铜[J]. 质谱学报, 2006, 27(2): 90-93.