



中华人民共和国国家标准

GB/T 35828—2018

化妆品中铬、砷、镉、锑、铅的测定 电感耦合等离子体质谱法

Determination of chromium, arsenic, cadmium, stibium, and lead in
cosmetics—Inductively coupled plasma mass spectrometry

2018-02-06 发布

2018-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。
本标准由轻工业联合会提出。
本标准由全国香料香精化妆品标准化技术委员会(SAC/TC 257)归口。
本标准起草单位:福建出入境检验检疫局。
本标准主要起草人:陈祥明、王丹红、陈旻实、潘迎芬、谢白璐、石祥程、林妍、陈佳东、李飞。



引 言

本标准的被测物质是我国《化妆品安全技术规范(2015 年版)》规定的禁用物质。

禁用物质是指不能作为化妆品生产原料即组分添加到化妆品中的物质。《化妆品安全技术规范(2015 年版)》规定:若技术上无法避免禁用物质作为杂质带入化妆品时,应进行安全性风险评估,确保在正常、合理及可预见的使用条件下不得对人体健康产生危害。

目前我国尚未规定铬、镉的限量值,本标准的制定,仅对化妆品中测定这些物质提供检测方法。

化妆品中铬、砷、镉、锑、铅的测定

电感耦合等离子体质谱法

1 范围

本标准规定了化妆品中铬、砷、镉、锑、铅的电感耦合等离子体质谱测定方法。

本标准适用于面霜、润肤乳、唇彩、唇膏、眼线液、粉底液、香水、指甲油、沐浴液、洗发露等化妆品中铬、砷、镉、锑、铅的电感耦合等离子体质谱法测定。

本标准对于测定铬、砷、锑、铅的检出限为 0.07 mg/kg, 定量限为 0.2 mg/kg; 镉的检出限为 0.04 mg/kg; 定量限为 0.1 mg/kg。



2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件, 仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件, 其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样经消解后, 由电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)测定, ICP-MS 由离子源和质谱仪两个主要部分构成, 试样溶液经过雾化后由载气送入 ICP 炬焰中, 经过蒸发、解离、原子化、电离等过程, 转化为带正电荷的离子, 经离子聚焦后进入质谱仪, 在质谱仪内根据元素特定质荷比(m/z)进行分离、采集。对于一定质荷比, 质谱响应值与进入质谱仪中的离子数成正比, 即质谱信号强度和待测元素浓度成正比, 与标准系列比较定量。

4 试剂和材料

除非另有说明, 本方法所用试剂均为分析纯, 水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 4.1 硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$, 65%): 优级纯。
- 4.2 过氧化氢(30%): 优级纯。
- 4.3 稀硝酸溶液(5+95, 体积比): 取 50 mL 硝酸(4.1), 加入 950 mL 超纯水。
- 4.4 氢氟酸: 优级纯。
- 4.5 质谱调谐液: 由仪器生产商提供或建议购买。
- 4.6 铬、锑、镉、砷、铅标准溶液($1\ 000\ \mu\text{g/mL}$): 有标准物质证书的有效期内的标准品。
- 4.7 钇、铟、铋内标标准溶液($1\ 000\ \mu\text{g/mL}$): 有标准物质证书的有效期内的标准品。
- 4.8 一级标准中间溶液($10.0\ \mu\text{g/mL}$): 移取铬、砷、镉、锑、铅标准溶液(4.6)1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中, 用稀硝酸溶液(4.3)稀释至刻度, 摇匀。
- 4.9 二级标准中间溶液($0.1\ \text{mg/L}$): 移取一级标准中间溶液(4.8)1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中, 用稀硝酸溶液(4.3)稀释至刻度, 摇匀。
- 4.10 内标工作溶液($0.5\ \text{mg/L}$): 分别移取 0.50 mL 钇、铟、铋内标标准溶液(4.7)至 1 000 mL 容量瓶

中,用稀硝酸溶液(4.3)稀释至刻度。

5 仪器和设备

- 5.1 分析天平:感量 0.001 g。
- 5.2 微波消解系统。
- 5.3 石墨消解系统:温度上限 $>300\text{ }^{\circ}\text{C}$,控温精度 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.4 电感耦合等离子体质谱仪。
- 5.5 微量移液器:固定或可调,范围 0.1 mL~10 mL。
- 5.6 比色管:50 mL。

6 分析步骤

6.1 试样制备

样品制备中应避免外来的污染,样品制备及分析中涉及的所有区域应尽可能保持无尘以减少样品或仪器的污染。样品充分混匀,装入清洁容器内,并标明标记。样品应于常温贮存,如含乙醇等挥发性溶剂,称取后应预先将溶剂挥发(不得干涸)。



6.2 试样消解

6.2.1 湿消解

称取混合均匀的样品约 0.5 g~1 g(精确至 0.001 g)于聚四氟乙烯消解管中,加入 5 mL 硝酸(4.1),浸泡 1 h~2 h 后参见表 A.1 设定,于石墨消解系统上消解,对于难以消解的物质,可以滴加 1 mL~2 mL 过氧化氢(4.2),对于口红、粉类化妆品,可以加 0.5 mL~1 mL 氢氟酸(4.4)破坏 SiO_2 晶格以减少对待测元素的吸附;升高温度消解至近干后加入少量水,继续蒸发近干,稍冷却后加入 3 mL 硝酸溶解,冷却,加 5 mL 水稀释,过滤至预先加入 1 mL 内标工作溶液(4.10)的 50 mL 比色管中,定容至刻度,摇匀待用,同法做空白试验。

6.2.2 微波消解

称取混合均匀的样品约 0.5 g(精确至 0.001 g)于微波消解罐中,加入 3 mL 硝酸(4.1),2 mL 过氧化氢(4.2)浸泡 1 h 后参见表 A.2 设定,按照微波消解程序进行消解,冷却,将消解液过滤至预先加入 1 mL 内标工作溶液(4.10)的 50 mL 比色管中,定容至刻度。对于口红、粉类化妆品,可以预先加 0.5 mL~1 mL 氢氟酸(4.4),然后按照微波消解程序进行消解,消解结束后,应进行赶酸以驱尽残留的氢氟酸,然后补加 3 mL 硝酸,冷却,将消解液过滤至预先加入 1 mL 内标工作溶液(4.10)的 50 mL 比色管中,定容至刻度,摇匀待用,同法做空白试验。

6.3 标准系列的制备

分别吸取二级标准中间溶液(4.9)0.00 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 和一级标准中间溶液(4.8)0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,再分别加入 2.00 mL 内标工作溶液(4.10),用稀硝酸溶液(4.3)稀释至刻度,混匀。得到铬、锑、镉、砷、铅混合标准浓度为 0.00 ng/mL、1.00 ng/mL、5.00 ng/mL、10.00 ng/mL、50.00 ng/mL、100.00 ng/mL、200.00 ng/mL。

6.4 电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)参考条件

根据仪器厂商提供的消除干扰模式进行测定条件的优化,如果没有合适的消除干扰模式,可以参考

附录 A 进行优化。

6.5 测定

用调谐液调整仪器各项指标,使仪器灵敏度、精密度(RSD)、氧化物、双电荷、峰形以及分辨率等各项指标达到测定要求后,将标准系列、试剂空白、样品溶液分别测定。待测元素及内标元素测定质量数见表 1。输入各参数,绘制标准曲线、计算回归方程。若测定结果超出标准曲线的线性范围,应将试样稀释后再测定。

空白试验除不加试样外,采用完全相同的分析步骤、试剂和用量,平行测定次数不少于两次。

表 1 内标的选择

序列	内标	测定元素
1	⁸⁹ Y	⁵² Cr、 ⁷⁵ As
2	¹¹⁵ In	¹¹¹ Cd、 ¹²¹ Sb
3	²⁰⁹ Bi	²⁰⁸ Pb

7 结果计算



试样中待测元素的含量按式(1)计算:

$$X_i = \frac{(c_1 - c_0) \times V}{m \times 1\,000}$$

.....(1)

式中:

- X_i ——试样中待测元素的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c_1 ——样液中待测元素的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- c_0 ——试剂空白液中待测元素的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- V ——试样定容体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样的质量,单位为克(g);
- 1 000——单位转换。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示,保留三位有效数字。

8 回收率和精密度

在添加浓度为 0.2 mg/kg~40 mg/kg 浓度范围内,回收率在 85%~110%,相对标准偏差小于 10%。

9 允许差

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

附 录 A
(资料性附录)
电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)工作条件

A.1 前处理及仪器设备条件

石墨消解仪参数参见表 A.1。微波消解参数参见表 A.2。电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)的工作参数参见表 A.3。

表 A.1 石墨消解仪参数

条件	消解程序		
	1	2	3
控制温度/℃	120	150	180
加热时间/min	20	40	240

表 A.2 微波消解参数

条件	消解程序		
	1	2	3
功率/W	1 600	1 600	16 00
控制温度/℃	120	150	180
加热时间/min	5	10	40

表 A.3 ICP-MS 的工作参数

样锥类型	镍锥
雾化器	同心雾化器
采样深度	150 mm
雾化室气体流量	0,8 L/min
射频(RF)功率	1 300 W
辅助气体流量	0.8 L/min
等离子体气流量	13 L/min
采样锥孔径	1.0 mm
截取锥孔径	0,8 mm

A.2 质谱仪消除干扰条件

A.2.1 铬(Cr)测定干扰的消除

⁵²Cr 的天然丰度为 83.79%，一般情况下是首选，如果基体中存在明显干扰可采用⁵³Cr，其干扰源较少，虽然丰度较低，但是可以通过提高质谱的检测灵敏度及延长采集时间来补偿。

A.2.2 砷(As)测定干扰的消除

⁷⁵As 易受到⁴⁰Ar³⁵Cl 的干扰，其干扰校正方程： $^{75}\text{As} = ^{75}\text{M} - ^{77}\text{M} \times 3.127 + ^{82}\text{M} \times 2.733 - ^{83}\text{M} \times 2.75$ ，其中 M 表示具有特定质荷比的原子和分子，例如 75M 表示具有 75 质荷比的原子和分子的总数。

A.2.3 镉测定干扰的消除

镉的干扰物主要是⁹⁴Zr¹⁶O¹H，其干扰校正方程： $^{111}\text{Cd} = ^{111}\text{M} - 1.073 \times ^{108}\text{Cd} + 0.674 \times ^{106}\text{Cd}$ 。

A.2.4 铅测定干扰的消除

铅的干扰校正方程： $^{208}\text{Pb} = ^{208}\text{M} + ^{207}\text{M} + ^{206}\text{M}$ 。

