

石墨炉原子吸收法直接测定化妆品中的金属元素——铅

引言

化妆品中含有各种脂类、粉质原料（无机、有机和胶质）、表面活性剂和各种天然成份等，其种类繁多，成份复杂，铅的含量各不相同。样品分析一般须要前处理，常用的前处理方法主要是湿法消化和微波消化，但均繁琐、耗时。本实验采用石墨炉原子吸收光谱法直接进样分析，可以快速、简单、方便地获得准确结果。

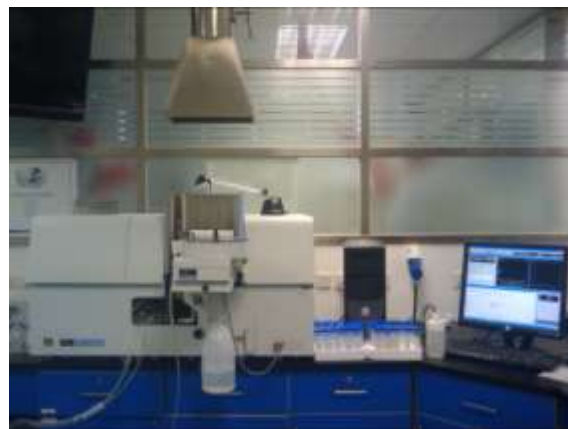
本方法采用0.2%硝酸+0.1%Triton X-100混合液将化妆品预稀释，PerkinElmer AA600/800原子吸收光谱仪直接测定，0.1%硝酸钡+0.06%硝酸镁作为基体改进剂，同时在石墨炉干燥和灰化阶段，增加一步预灰化，消除干扰物，标准加入法直接测定化妆品中的铅等金属元素。

实验结果表明：该方法无论在灵敏度、分析速度、准确度和操作等方面，都可以获得非常满意的结果。

使用PerkinElmer公司AAAnalyst600/800原子吸收光谱仪，配以AS800自动进样器和PerkinElmer专用石墨管，WinLab32 for AA软件，铅为空心阴极灯。

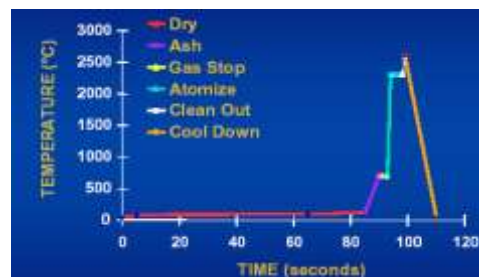
作者

珀金埃尔默仪器
(上海)有限公司
上海技术中心
中国



原 理

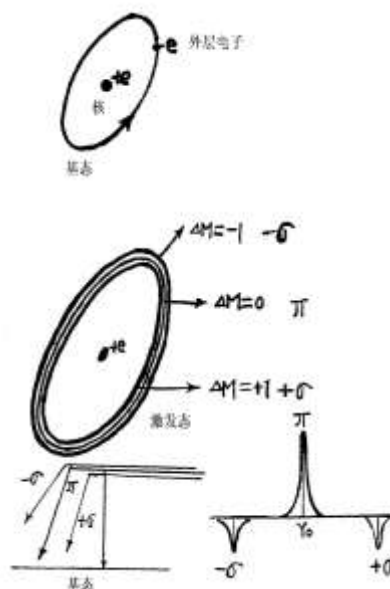
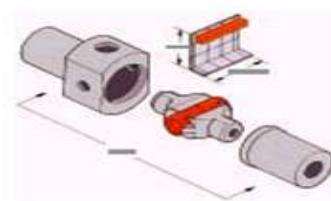
样品经预稀释自动进样器进样后，在石墨管中通过干燥、预灰化、灰化、原子化等步骤，使样品蒸发解离形成原子蒸气，对来自光源的特征电磁辐射产生吸收，通过测得的样品吸光度与标准吸光度比较，得到样品中被测元素的含量。



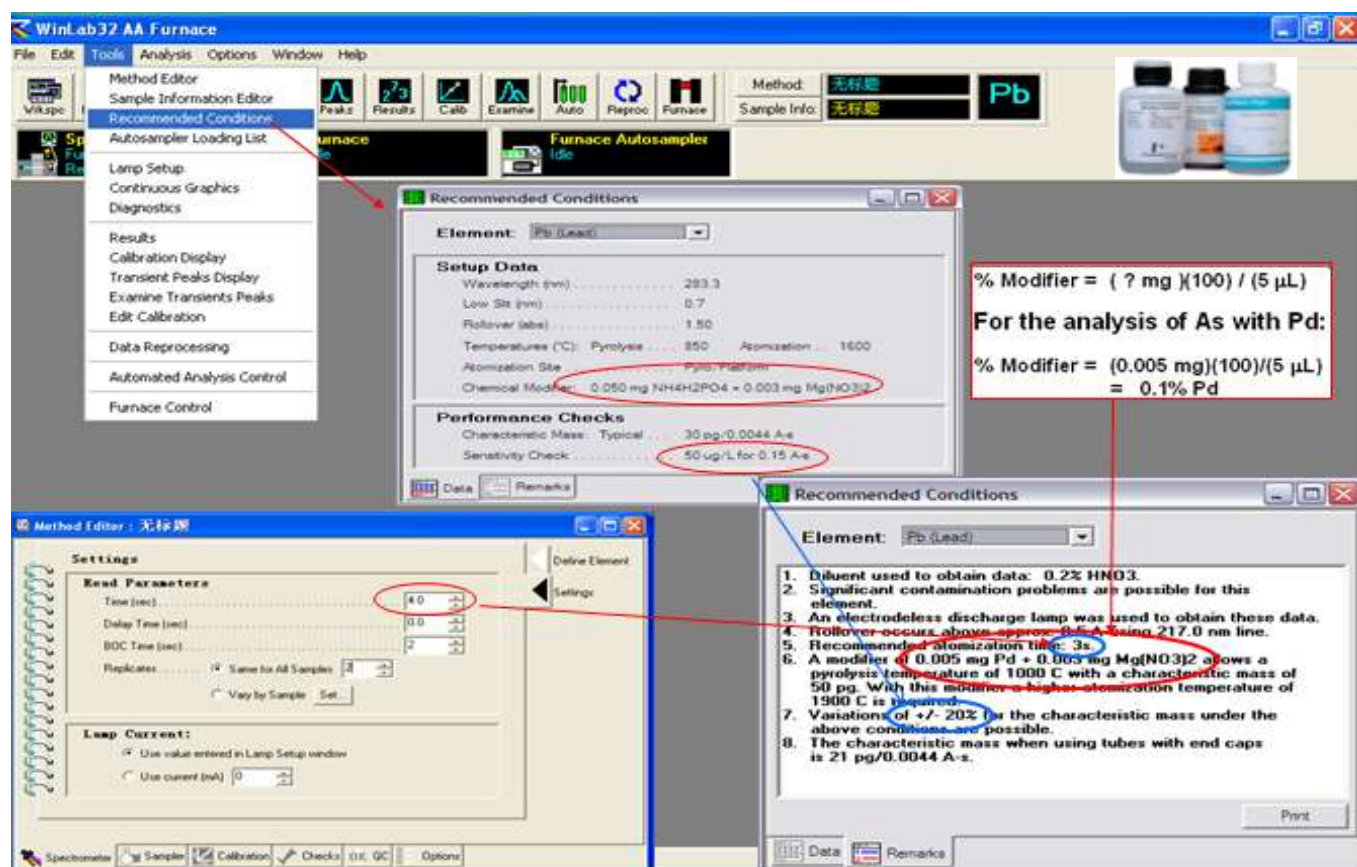
优点：无需消化，可以直接分析化妆品中的重金属元素。检出限低，ppb级，所需样品量少等。

特 点

1. THGA(横向加热)石墨炉
2. 专利的纵向交流zeeman效应背景校正
3. 新型内置直流ASCOM石墨炉电源
4. 专利的TTC(真实温度控制)技术,石墨炉温度准确到10°C,重现性好
5. 气动式锁紧石墨管,石墨管损坏自动报警
6. 管内外气流分开,原子化阶段内管自动停气氩气耗量 < 0.7L/min
7. 自动节气停水技术
8. 独特的通空气技术，消除有机物、氯化物等的干扰
9. 专利的BOC(自动基线调零)技术,每次测定读数前，自动进行零点漂移校正,克服由于灯、电路漂移或石墨炉两边石英窗变脏引的零点变化，长时间测定稳定性好

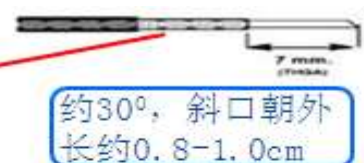
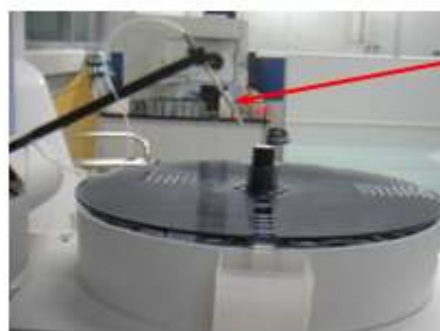


AA600/AA800仪器推荐条件

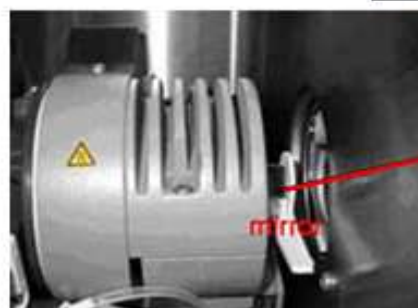


石墨炉分析

- 特征质量
- 灵敏度检查
- 基体改进剂配制
- 进样针调节
- 仪器推荐条件
- STPF



斜口尽量与石墨管内壁相切



进样针在石墨管8/10等份处

1实验部分

1.1 主要仪器与试剂

1.1.1 仪器与设备

美国PerkinElmer的AA600/AA800石墨炉原子吸收光谱仪，配有AS800自动进样系统；超纯水机；50mL带盖塑料瓶；500mL洗瓶；0.1~1mL移液枪、1~5mL移液枪和枪头。

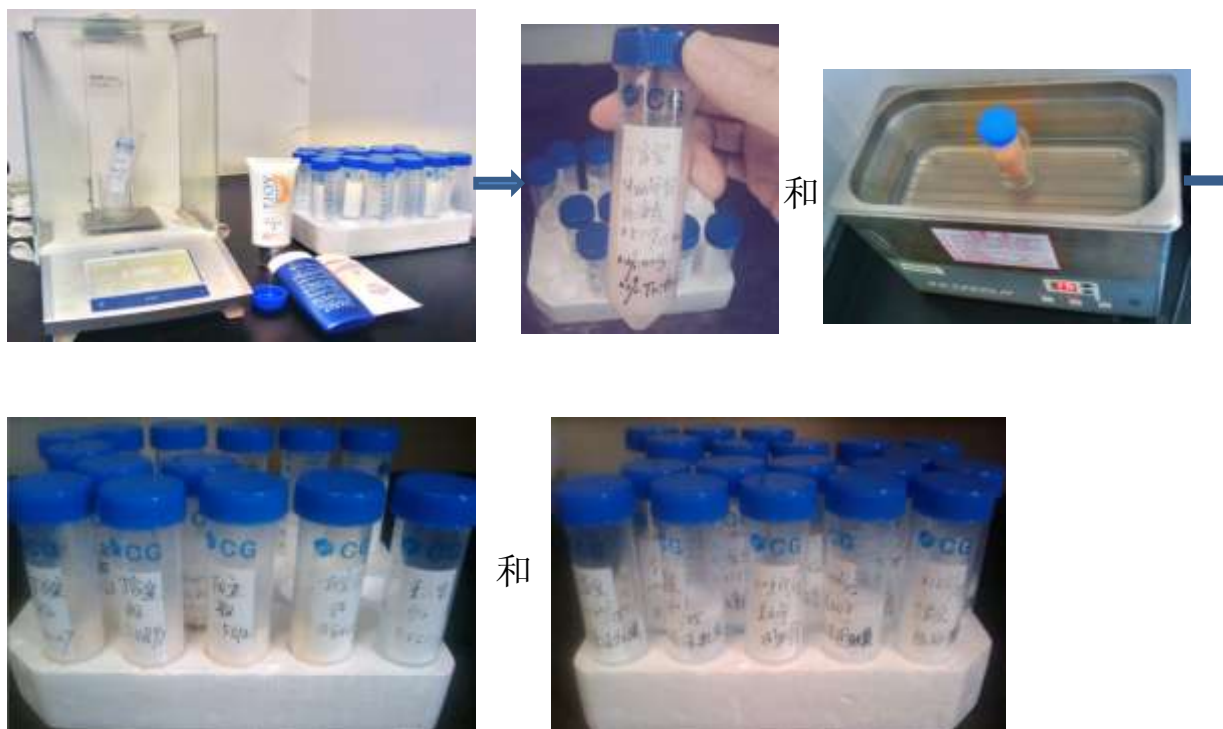
1.1.2 主要试剂

硝酸（超纯），苏州晶瑞化学有限公司；曲线通（进口分装）又称Triton X-100，上海国药集团化学有限公司；铅标准储备液1000ug/L（国家标准物质中心）；铅标准工作液，用0.2%硝酸+0.1%Triton X-100混合液将铅标准储备液配制成50ug/L的铅标准工作液；基体改进剂，用硝酸钡(B0190635)和硝酸镁(B0190634)，配成0.1%的硝酸钡+0.06%的硝酸镁的混合液作为基体改进剂。

1.2 化妆品样品前处理

准确称取约0.5~1g样品于聚乙烯等材料的带盖50mL塑料瓶中，用0.2%硝酸+0.1%曲拉通混合液稀释定容至25~50mL，用力摇匀或超声摇匀，待测。空白溶液用0.2%硝酸+0.1% Triton X-100。





1.3.仪器工作条件

1.3.1仪器工作条件的选择

通过实验得到最佳检测条件如右图，霜类样品原子化温度设为1800℃，粉类样品原子化温度设为1600℃。

1.3.2标准加入法曲线的制备

空白、样品、5ug/L标加1、10ug/L、标加2、15ug/L标加3。建立标准加入法曲线后，可以分析样品类型相似的样品。

Step #	Temp (C)	Ramp Time	Hold Time	Internal Flow	GasType
1	110	5	30	250	Normal
2	130	15	30	250	Normal
3	450	15	15	50	Normal
4	600	10	20	250	Normal
5	1800	0	4	0	Normal
6	2500	1	5	250	Normal
7					
8					

Read Step: 5

Injection Temperature (C): 20

Extra Furnace Cleanout: ☒ No ☐ Yes

Default Program Set...

2 结果与讨论

2.1 不同样品前处理操作步骤比较及时间统计

相同的步骤所需时间不考虑，如：配标准溶液、基体改进剂、稀释液和样品称量等，直接进样所需时间相对为零；湿法消解所需10~15mL硝酸+5mL氢氟酸(包括粉类样品)+2mL高氯酸等，时间至少2~4小时；微波消解所需4~6mL硝酸+2mL氢氟酸(包括粉类样品)+2mL过氧化氢，时间至少2~4小时。

由以上可以看出，不仅时间上直接进样相对时间为零，所需试剂用量仅0.2%硝酸+0.1%Triton X-100。最关键的是所需步骤少、器皿用的少、相对污染损失最少。

时间 (每个样品)	直接进样	仅硝酸消化	硝酸 高氯酸 混酸消化	微波消化
称样时间	一样	一样	一样	一样
消化时间		30~60 分钟消化赶酸	120~240 分钟消化赶酸	60 分钟微波消化 60~120 分钟赶酸
定容时间	5 分钟配制 0.2%~1%硝酸 0.1% 曲拉通	一样	一样	一样
需器皿清洗	仅塑料管	聚四氟乙烯烧杯 塑料管	聚四氟乙烯烧杯 塑料管	微波消解罐 聚四氟乙烯烧杯 塑料管

2.1 化妆品中铅的含量

2.1.1 粉类等样品中铅的含量

由结果可以看出，当样品中的铅有一定含量时，直接进样结果和混酸消化结果一致，且回收率在90~110%之间。

	样品 编号	直接进样铅结果		混酸消化铅结果
		测试值 mg/kg	加标回收率%	测试值 mg/kg
丁家宜防晒 修颜隔离霜	1	0.970		0.987
	2	0.966	98.0	0.973
李氏防 晒日霜	1	0.442	106.3	0.457
	2	0.424	98.5	0.465
红景天幼白 抗氧修颜乳	1	0.141	106.8	0.139
	2	0.138		0.148
GBW(E) 090027 粉铅		15.9		

2.1.2 霜类等样品中铅的含量

	样品 编号	直接进样铅结果		混酸消化铅结果
		测试值 mg/kg	加标回收率%	测试值 mg/kg
丁家宜美白 保湿乳液	1	0.00510		ND
	2	0.00410	96.5	0.0193
丁家宜祛 斑精华霜	1	0.0111	93.0	ND
	2	0.0116	96.4	
美加净保 湿润肤霜	1	0.00823	101.9	0.00316
	2	0.00679	95.1	0.00258
李医生美 白柔肤水	1	0.00824	91.6	ND
	2	0.00685	91.7	
隆力奇 蛇油膏	1	0.0124	97.3	0.0360
	2			0.0379

由以上结果可以看出，当样品中铅含量较低时，由于消化过程中加入酸有本底以及消化过程中器皿等可能的损失污染等，导致结果不稳定，而直接进样，省略了繁琐的前处理过程，同时酸加入的本底更低，结果相对更好。回收率也在回收率在90~110%之间。

2.1.3 标准化妆品中铅的含量

由结果可以看出，直接进样无论是粉类化妆品还是霜类化妆品，其标准值的测试值与标准值在允许范围内。

	测试值 (mg/kg)	标准值 (mg/kg)
GBW(E) 090028 霜铅	31.0	31.0 ± 2.4
GBW(E) 090027 粉铅	16.4	16.1 ± 2.2

2.1.4 方法检出限

连续测试11个空白样品（稀释液），由11次样品结果的标准偏差3倍，计算得到检出限为0.12ug/L，当称样样品为1.0000g，定容至25mL，则方法检出限为0.003mg/kg

DL-1	DL-2	DL-3	DL-4	DL-5	DL-6	DL-7	DL-8	DL-9	DL-10	DL-11	Stdev	DL
0.00486	-0.0645	-0.0325	-0.00395	-0.0152	-0.011	-0.0885	-0.0187	-0.0605	-0.121	-0.0163	0.039697	0.12

3 结论

采用0.2~1.0%硝酸+0.1%Triton X-100混合液稀释，直接进样，样品不需要消解，处理步骤简单、省时，与石墨炉结合测定结果稳定准确，是一种简便、快速、有效的测定化妆品中铅含量的方法。

PerkinElmer, Inc.

大中华区总部

地址：上海张江高科园区李冰路67弄4号

邮编：201203

电话：(021) 3876 9510

传真：(021) 387 91316

www.perkinelmer.com.cn



要获取全球办事处的完整列表，请访问 www.perkinelmer.com.cn/ContactUs

©2009 PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer徽标和外观设计是PerkinElmer的注册商标。HyperDSC 和 PerkinElmer 是PerkinElmer及其子公司在美国或其它国家和地区的注册商标。文中提及的其它非PerkinElmer及其子公司所有的其它商标均为其各自所有者的财产。PerkinElmer保留随时更改此文档的权利，恕不另行通知。对于编辑、图片或排版错误概不承担任何责任。