

化粧品中硒之檢驗方法

Method of Test for Selenium in Cosmetics

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於化粧品中硒之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經微波消化後，以感應耦合電漿質譜儀(inductively coupled plasma mass spectrometer, ICP-MS)分析之方法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 感應耦合電漿質譜儀。
 - 2.1.2. 微波消化裝置(Microwave digester)：具最大輸出功率1000W以上，且具有溫度或壓力回饋控制系統。
 - 2.1.3. 酸蒸氣清洗裝置 (Acid steam cleaning system)。
 - 2.2. 試藥：硝酸(67-70%)採用超純級及試藥特級；異丙醇採用分析級；過氧化氫(30%)採用超純級；去離子水(比電阻於25°C可達18 MΩ·cm以上)；硒(selenium)標準品(1000 µg/mL)及銨(rhodium)內部標準品(1000 µg/mL)均採用ICP分析級。
 - 2.3. 器具及材料：
 - 2.3.1. 微波消化瓶^(註)：石英玻璃或 Teflon 材質。
 - 2.3.2. 容量瓶^(註)：50 mL。
 - 2.3.3. 儲存瓶：50 mL，PP材質。
 - 2.3.4. 濾膜：孔徑0.45 µm，PTFE材質。

註：器具經洗淨後，使用酸蒸氣清洗裝置，以硝酸(試藥特級)蒸氣酸洗2小時後，取出以去離子水將附著之硝酸沖洗乾淨，乾燥備用；或浸於硝酸(試藥特級)：水(1:1,v/v)溶液，放置過夜，取出以去離子水將附著之硝酸沖洗乾淨，乾燥備用。
 - 2.4. 10% (w/w)硝酸溶液之調製：

取硝酸(超純級) 100 mL，緩緩加入去離子水500 mL中，再加去離子水使成1000 mL。
 - 2.5. 內部標準溶液之配製：

精確量取銨內部標準品0.5 mL，以10% (w/w)硝酸溶液定容至50 mL，移入儲存瓶中，作為內部標準原液。臨用時取適量內部標準原液，以10% (w/w)硝酸溶液稀釋至1000 ng/mL，供作內部標準溶液。
 - 2.6. 標準溶液之配製：

精確量取硒標準品0.5 mL，以10% (w/w)硝酸溶液定容至50 mL，移入儲存瓶中，作為標準原液。臨用時取適量標準原液、內部標準溶液與異丙醇混合，以10% (w/w)硝酸溶液稀釋至0~200 ng/mL (含內部標準品濃度20 ng/mL及異丙醇0.5% (v/v))，移入儲存瓶中，供作標準溶液。

2.7. 標準曲線之製作：

將標準溶液以適當速率注入感應耦合電漿質譜儀中，依下列條件進行分析，就硒與銨內部標準品之訊號強度比值，與對應之硒濃度，製作標準曲線。

感應耦合電漿質譜儀測定條件^(註)：

電漿無線電頻功率：1550 W。

電漿氫氣流速：15 L/min。

輔助氫氣流速：0.9 L/min。

霧化氫氣流速：1.0 L/min。

碰撞氣體及流速：氫氣，4.5 mL/min。

偵測離子(m/z)：硒：78、82；

銨：103。

註：上述測定條件分析不適時，依所使用之儀器，設定適合之測定條件。

2.8. 檢液之調製：

將檢體均質混勻後，取約0.25 g，精確稱定，置於微波消化瓶中，加入內部標準溶液1 mL、硝酸(超純級) 12 mL及過氧化氫3 mL，依下列條件進行消化。放冷後移入容量瓶中，以去離子水每次5 mL洗滌微波消化瓶，洗液併入容量瓶中，加入異丙醇0.25 mL，再以前去離子水定容至50 mL，經濾膜過濾，供作檢液。另取一空白微波消化瓶，加入內部標準溶液1 mL，硝酸(超純級) 12 mL及過氧化氫3 mL，以下步驟同檢液之操作，供作空白檢液。

微波消化裝置操作條件^(註)：

條件 步驟	最大輸出 功率(W)	升溫時間 (min)	持續時間 (min)	溫度控制 (°C)
1	1800	25	20	210

註：上述操作條件消化不適合時，依所使用之裝置，設定適合之操作條件。

2.9. 含量測定：

將檢液、空白檢液及標準溶液以適當速率分別注入感應耦合電漿質譜儀中，依2.7.節條件進行分析。就檢液、空白檢液及標準溶液中硒與銻訊號強度比值，依下列計算式求出檢體中硒之含量(ppm)：

$$\text{檢體中硒之含量(ppm)} = \frac{(C - C_0) \times V}{M \times 1000}$$

C：由標準曲線求得檢液中硒之濃度(ng/mL)

C₀：由標準曲線求得空白檢液中硒之濃度(ng/mL)

V：檢體最後定容之體積(mL)

M：取樣分析檢體之重量(g)

- 附註：1. 本檢驗方法之定量極限為2.0 ppm。
2. 檢體中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。
3. 以其他儀器檢測時，應經適當之驗證參考物質(certified reference material, CRM)或標準參考物質(standard reference material, SRM)之驗證，或方法確效。

參考文獻：

1. U.S. Food and Drug Administration. 2020. Elemental analysis manual for food and related products. 4.7. Inductively coupled plasma - mass spectrometric determination of arsenic, cadmium, chromium, lead, mercury, and other elements in food using microwave assisted digestion.
[<https://www.fda.gov/media/87509/download>]
2. Larsen, E. H. and Stürup, S. 1994. Carbon-enhanced inductively coupled plasma mass spectrometric detection of arsenic and selenium and its application to arsenic speciation. J. Anal. At. Spectrom. 9: 1099-1105.