

化粧品中重金屬檢驗方法

Method of Test for Heavy Metals in Cosmetics

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於化粧品中鉍、鉻、鈷、鎳、砷、鋇、鋯、鎘、錒、碲、鋇、釷、汞、鉍、鉛及鉍之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經微波輔助酸消化後，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1000W以上輸出功率，並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：硝酸採用超純級(67-70%)及試藥特級；過氧化氫採用超純級；去離子水(比電阻於25°C可達18 MΩ·cm以上)；鉍(beryllium)、鉻(chromium)、鈷(cobalt)、鎳(nickel)、砷(arsenic)、鋇(strontium)、鋯(zirconium)、鎘(cadmium)、錒(antimony)、碲(tellurium)、鋇(barium)、釷(neodymium)、汞(mercury)、鉍(thallium)、鉛(lead)、鉍(bismuth)及金(gold)標準品濃度皆為1000 µg/mL，均採用ICP分析級；鋰(lithium)、鍮(germanium)、銠(rhodium)及銱(iridium)內部標準品濃度皆為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800 mL中，再加去離子水使成1000 mL。

2.5. 內部標準溶液之配製：

精確量取鋰、鍍、銻及鉍內部標準品各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混合，以10% (w/w)硝酸溶液稀釋至250 ng/mL，供作內部標準溶液。

2.6. 金標準溶液之配製：

精確量取金標準品5 mL，以10% (w/w)硝酸溶液定容至50 mL，移入儲存瓶中，作為金標準原液。臨用時取適量金標準原液，以10% (w/w)硝酸溶液稀釋至25 µg/mL，供作金標準溶液。

2.7. 標準溶液之配製：

精確量取鉍、鉻、鈷、鎳、砷、鋇、鋁、鎘、錒、碲、鉍、釷、汞、鉍、鉛及鈹標準品各0.1 mL，分別以10% (w/w)硝酸溶液定容至50 mL，移入儲存瓶中，作為標準原液。臨用時取適量各標準原液混合、加入內部標準溶液及金標準溶液，以10% (w/w)硝酸溶液配製鉍、鉻、鈷、鎳、砷、鋇、鋁、鎘、錒、碲、鉍、釷、汞、鉍、鉛及鈹為0-25 ng/mL、汞為0-10 ng/mL (含內部標準品濃度5 ng/mL及金標準品濃度50 ng/mL)，移入儲存瓶中，供作標準溶液。

2.8. 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。就各重金屬與其內部標準品訊號強度比值，與對應之各重金屬濃度，分別製作標準曲線。

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：1.05 L/min。

偵測離子(m/z)：

分析元素		對應之內標元素	
鉍	9	鋰	7
鉻	52	鍍	74
鈷	59		
鎳	60		
砷	75		
鋇	88		

鋳	90	銻	103
鎘	114、111、112		
銻	123、121		
碲	130、128		
銀	138		
鉍	146、144、142		
汞	202、200、201	鉍	193
鉈	205		
鉛	208、206、207		
鉍	209		

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。

2.9. 檢液之調製：

將檢體混勻，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、金標準溶液0.1 mL、硝酸(超純級) 12 mL及過氧化氫(超純級) 2 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，以去離子水定容至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、金標準溶液0.1 mL、硝酸(超純級) 12 mL及過氧化氫(超純級) 2 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	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：上述消化條件不適時，依所使用之裝置，設定適合之操作條件。

2.10. 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2.8.節條件進行分析。就檢液、空白檢液及標準溶液中各重金屬與其內部標準品訊號強度比值，依下列計算式求出檢體中各重金屬之含量(ppm)：

$$\text{檢體中各重金屬之含量(ppm)} = \frac{(C - C_0) \times V}{M \times 1000}$$

C：由標準曲線求得檢液中各重金屬之濃度(ng/mL)

C₀：由標準曲線求得空白檢液中各重金屬之濃度(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均為0.1 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. U.S. Environmental Protection Agency. 2014. Inductively coupled plasma-mass spectrometry. Method 6020B.
[<https://www.epa.gov/esam/epa-method-6020b-sw-846-inductively-coupled-plasma-mass-spectrometry>]
3. Mnculwane, H. T. 2022. Rare earth elements determination by inductively coupled plasma mass spectrometry after alkaline fusion preparation. Analytica 3: 135-143.