

微波消解化妆品

1 前言

化妆品是很多女性日常生活的必需品，但是在使用的同时也要注意化妆品的卫生安全。化妆品中重金属、微生物以及包装等指标，国标中都有明确的限定。其中，化妆品中的重金属污染问题屡见报道，其检测的方法主要有：原子吸收、原子荧光、分光光度法、微分电位溶出法等，这些方法基本都需要将样品制备为澄清透明的溶液。本文通过微波消解方法对口红、眼影膏及精油三种常见化妆品进行前处理，有利于后期快速准确测定其中的重金属含量。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 MDS-15 微波消解仪，赶酸器，分析天平(十万分之一)等。



2.2 试剂

硝酸(68%)、过氧化氢 (30%)、氢氟酸 (40%)

3 实验方法

3.1 消解实验

3.1.1 口红和眼影膏

分别称取口红和眼影膏样品约 0.2g (精确至 0.1mg) 于消解罐中, 加入 8mL 硝酸在赶酸器上于 120°C 预处理 30min, 取下冷却后加入 2mL 过氧化氢和 1mL 氢氟酸, 静置 10min 后组装消解罐, 其中眼影膏做主控罐, 用 MDS-15 微波消解仪进行消解实验参数如下:

阶段	温度/°C	时间/min	功率/W
1	150	10	400
2	180	5	400
3	200	30	400

实验过程中最大实验压力为 2Mpa。实验结束后, 待仪器降温至 60°C 以下, 将样品转移至通风橱, 缓慢打开罐盖放置 5min 后, 观察消解罐中样品消解液澄清无沉淀, 将其放置赶酸器上赶酸至剩余 0.5mL 左右取下冷却加水定容后消解液澄清透明无沉淀, 样品被完全消解。

3.1.2 精油

称取精油样品约 1mL (精确至 0.1mg) 于消解罐中, 在赶酸器上于 100°C 加热挥发有机溶剂约 15min, 取下冷却后加入 8mL 硝酸在赶酸器上于 120°C 预处理 30min, 取下冷却后加入 2mL 过氧化氢, 静置 10min 后组装消解罐, 用 MDS-15 微波消解仪按照 3.1.1 中仪器参数进行消解实验。

实验最大压力 1.3Mpa。实验结束后, 待仪器降温至 60°C 以下, 将样品转移至通风橱, 缓慢打开罐盖放置 5min 后, 于赶酸器上 120°C 赶酸至剩余 0.5mL 左右取下冷却, 加水定容后消解液澄清透明无沉淀。

4 结果与讨论

口红和眼影膏样品取样量 0.2g 时,使用硝酸+过氧化氢+氢氟酸体系在 200°C 下消解 30min 即可完全消解。所测精油因其中不含硅类物质使用硝酸+过氧化氢体系用相同的参数即可完全消解,但要注意的是消解前需先蒸发其中的有机溶剂。

注意事项

化妆品中通常会加入一些有机物质,比如乙醇、甘油等,因此消解过程中需特别注意压力变化。对于有机溶剂添加量比较大的样品,需要预先消解。另外,化妆品中也会加入一些色素、遮光剂、二氧化硅等等,此类样品消解需要添加氢氟酸。