

thermo scientific



# 赛默飞色谱 质谱及痕量 元素分析

化工产品检测解决方案

**ThermoFisher**  
SCIENTIFIC

人类生活与化工产品息息相关，从日常的衣食住行到体育娱乐，大部分都需要化工产品为之服务，化工行业的发展在国民经济和工程技术上都具有相当重要的意义。化工行业门类繁多、工艺复杂、产品多样，生产过程中目标物的含量对生产工艺的优化有着指导性作用；化工产品中微量杂质对产品深加工和品质的影响很大；化工原材料、中间体在加工成对应制品过程中的部分添加剂、残存或其他环节引入的有毒有害物质会直接或间接影响生态环境、危及人类健康，尤其是化工产品的直接使用者和消费者。

赛默飞在化工产品检测的各个环节提供领先的检测方案及技术，为化工产品检测提供多层次解决方案。



## 目 录

• 赛默飞提供化工产品检测方案及技术 .....	3
• GC/GCMS检测解决方案 .....	5
• HPLC检测解决方案 .....	7
• IC检测解决方案 .....	8
• AA, ICP, ICPMS检测解决方案 .....	11

# 赛默飞提供化工产品检测方案及技术



赛默飞气相色谱及气质联用仪

创新的模块化气相色谱，结合久经时间考验的质谱，耐用性极佳，且具有行业领先的灵敏度，满足不同分析需求，满足化工行业原材料/中间体等杂质检测、成分分析、残留有害物分析，还有如塑料/橡胶中的有机锡/PBDE、化妆品中的防腐剂/残留溶剂、涂料中的VOC/苯系物/芳香胺等分析。

- Trace 1310/Trace1300/Trace1300e系列气相色谱仪均采用创新模块化设计，可随时插拔各种检测器，满足化工行业不同类型化合物分析需求，如烃类、醇类（FID）和气体分析、硫化氢、羰基硫、氯丁醇（TCD, FPD, ECD）等分析，采用功能强大的变色龙软件控制。
- 质谱部分可配有专利真空锁定装置，快速维护质谱离子源，无需卸真空，保证高通量分析的连续性。
- 质谱离子源中均采用带透镜保护双灯丝，保证灯丝的长寿命。
- 拓展的不卸真空更换色谱柱模块，保证各种不同应用之间切换色谱柱时质谱无需停机。
- 专利的氦气节省模块(可选)，一瓶氦气可使用3.5-14年。



UltiMate 3000液相色谱系统

UltiMate 3000高效液相色谱系统全程具有超高效兼容性，为使用者提供最佳性能。系统采用模块化设计，可根据实际应用选择最适合的搭配组合。有等度泵、二元泵、双三元泵和四元泵的不同泵选项，检测器也可搭配紫外/可见、荧光、示差折光、通用型电雾式检测器、高灵敏度和高选择性的电化学检测器，也可无缝连接质谱仪，适合各类有机物检测。赛默飞液相色谱系统适用于化工原料/中间体的质量控制及化妆品的染色剂/稳定剂分析等。



Dionex Integrion HPIC 高压离子色谱系统

Thermo Scientific™ Dionex™ Integrion (IN) HPIC™是一款性能强劲的智能高压离子色谱系统。该系统配置丰富，功能强大，布局简洁，操作简易。具备全新的智能监控系统，搭载高压在线淋洗液发生器，是您最理想的实验搭档，助您轻松达到实验目标。离子色谱在化工产品的分析中应用非常广泛，如各种化工原料 / 中间体及制品、电镀液/氯碱工业/无机盐/酸中的痕量离子分析，柱后衍生离子色谱法可测定材料中的六价铬，燃烧离子色谱还可用于卤元素分析。

1. 完美性能高压泵 全面兼容4 μm 小粒径色谱柱，大大提高色谱分辨率，实现更高样品通量，提高实验室生产力
2. HPIC 淋洗液自动生成 RFIC “只加水”系统利用去离子水电解产生精确浓度的淋洗液，在减少劳动力的同时大幅改善实验结果的重现性
3. 高效淋洗液脱气装置 可实现淋洗液在线脱气
4. 检测器选择灵活 支持多种检测器，拓展离子色谱应用范围；集成式的电导检测器和安培检测器，二者切换方便。

iCE 3000系列原子吸收光谱仪（AAS）以其独特的设计，令人耳目一新。结构紧凑、时尚且使用方便。有火焰单原子化器系统（iCE3300）、石墨炉原子化器系统（iCE3400），和火焰/石墨炉双原子化器系统（iCE3500）的不同配置选择。

iCE 3000系列原子吸收光谱仪分析效率高，灵敏度高，同时火焰气体消耗低，石墨管寿命长，通用型燃烧头耐腐蚀等都能降低用户的使用成本，使用的SOLAAR Security软件满足CFR21规范，而Wizards向导软件，方便仪器的使用和掌握。简单的样品制备流程及快速上手的方法优化为准确可靠地进行微量和痕量分析提供了高效率的解决方案。



iCE 3000系列原子吸收光谱仪



iCAP 7000系列等离子体发射光谱仪

新一代Thermo Scientific iCAP7000系列电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）可对高通量样品中的痕量元素进行低成本的多元素同时分析。本产品不仅性能先进、分析效率高，而且使用简便，在遵循国际规范及标准的同时持续提供可靠的数据。

无论是常规高通量分析，还是科学研究，在Thermo ScientificQtegra智能科技数据处理方案(ISDS)软件平台的支持下，创新性的iCAP 7000系列ICPOES技术均可提供快速低成本的分析，特别适合化工行业多元素同时分析。

赛默飞 iCAP RQ电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）具有双四极杆结构，轻松进行灵敏、快速、高通量和多元素的同时检测。

低质量数剔除功能的最佳碰撞/反应池技术：Cr, As, Se是样品分析中的常规分析项目，易受到一些低质量数离子形成的多原子离子的干扰，iCAP RQ系列ICPMS的碰撞反应池（Qcell）具备独特的质量筛选功能，可有效地剔除低质量数的干扰物离子，抑制其多原子干扰离子的形成。

优异的耐有机试剂的变频RF发生器：最新设计的变频RF发生器，极大地提升了等离子体对有机试剂的耐受性。在针对样品的各种元素形态分析中，常需要与使用有机试剂的液相色谱的联用，变频RF发生器对有机试剂表现出极佳的稳定性，一般有机试剂溶液的色谱移动相（如：甲醇溶液）无需加氧即可分析。

最宽的元素分析动态范围：iCAP RQ系列ICPMS具备针对不同元素改换使用不同的分辨率的功能，可以在检测高浓度的常量元素（如：K, Na, Ca, Mg等）的同时准确地检测痕量级的有害元素（如：Pb, Cd, Hg等）。



iCAP RQ等离子体质谱仪



# GC/GCMS检测解决方案

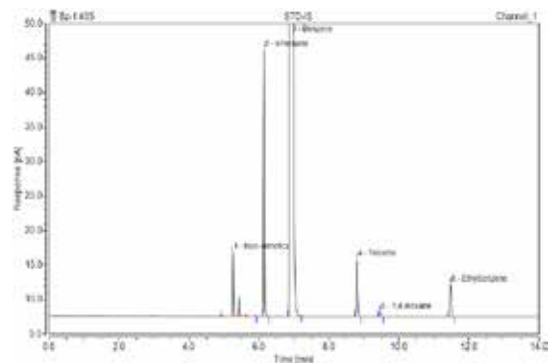
## 苯的纯度分析-气相色谱法

苯是一种石油化工基本原料，苯的产量和生产的技术水平是一个国家石油化工发展水平的标志之一。苯及苯系物广泛的应用于染料、医药、农药等精细化学品的生产，也用于合成材料工业。本实验采用赛默飞Trace 1310气相色谱仪，配合AS1310自动进样器，分析苯系物中微量的芳香烃和非芳香烃杂质。

仪器：TRACE GC 1310气相色谱仪，FID检测器；AS1310液体自动进样器。

试剂与标准品：苯，甲苯，环己烷，乙苯，1,4-二噁烷，正壬烷纯度大于99%。

分析条件：色谱柱：FFAP (60 m × 0.25 mm × 0.25 μm)；柱温：70℃ (10 min)，10℃/min到100℃ (0 min)；进样模式：分流进样，分流比：200:1，进样量：0.5 μL；进样口温度：200℃；载气：高纯氮气 (99.999%)，恒流模式，1.20 mL/min；检测器温度：250℃。



苯纯度分析典型色谱图

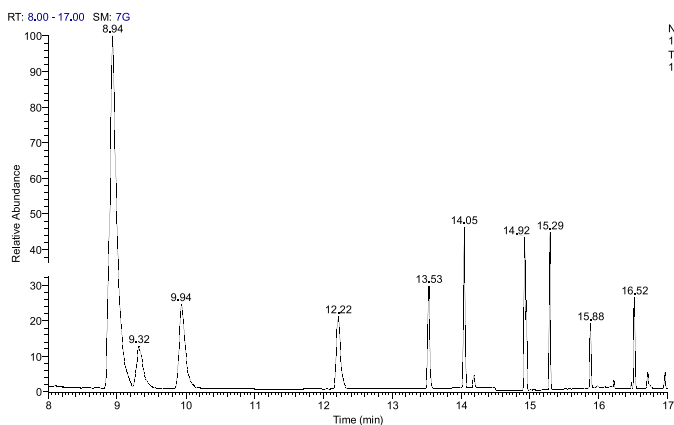
### 实际样品重现性

组分	含量 1 (%)	含量 2 (%)	含量 3 (%)	含量 4 (%)	含量 5 (%)	RSD%
非芳烃	0.0210	0.0216	0.0203	0.0208	0.0218	2.88
甲苯	0.0234	0.0240	0.0237	0.0243	0.0244	1.61
乙苯	-	-	-	-	-	-
1,4-二噁烷	-	-	-	-	-	-
苯	99.9556	99.9544	99.956	99.9549	99.9538	0.001

实验结果完全满足ASTM D4492方法对杂质限量检测和重现性的要求。此外，本方法也可以应用于其他苯系物，例如甲苯、二甲苯的纯度分析。

## 赛默飞气质联用仪测定染料中的多氯苯

氯苯类化合物是化学性质比较稳定的一类污染物，一般都具有“三致”作用毒性，对人体健康危害大。在染料产品的生产过程中，常用作溶剂而被大量使用。由于后处理不彻底或者高温下的副反应影响，造成其残留在最终的染料产品中，并且极有可能进一步带入到染色后的纺织品中，进而对人体造成伤害。因此GB/T24164-2009中也对染料中多氯苯的检测作出了相关规定。本实验参照GB/T24164-2009，对染料的多氯联苯进行检测。



多氯苯标准溶液的选择离子图 (10.00ng/ml)

NL: 1.45E6  
TIC MS  
10ppb-01

仪器：Trace GC-ISQ气相色谱质谱联用仪，EI源；AS3000自动进样器

分析条件：色谱柱：DB-17MS (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm)，柱温：60℃ (3min) - 6℃/min-120℃ (0min) 50℃/min-280℃ (5min)；进样模式：不分流进样；进样量：1.0 μL；进样口温度：280℃；载气：氦气 (99.999%)，恒流模式，1.0 mL/min；质谱离子源温度：280℃，传输线温度：280℃；扫描模式：选择离子监测模式。

### 提取回收率和精密度数据

序号	组分	CAS 号	定量离子	定性离子	保留时间 min	最低定量限 ng/ml	最低定量限 RSD%
1	1, 2- 二氯苯	95-50-1	146	148, 111	9.95	5	3.42
2	1, 3- 二氯苯	541-73-1	146	148, 111	8.94	5	3.14
3	1, 4- 二氯苯	106-46-7	146	148, 111	9.33	5	3.79
4	1, 2, 3- 三氯苯	87-61-6	180	182, 145	14.05	5	3.63
5	1, 2, 4- 三氯苯	120-82-1	180	182, 145	13.53	5	2.80
6	1, 3, 5- 三氯苯	108-70-3	180	182, 145	12.23	5	3.16
7	1, 2, 3, 5- 四氯苯	364-90-2	216	214, 218	14.95	5	3.23
8	1, 2, 4, 5- 四氯苯	95-94-3	216	214, 218	14.92	5	5.55
9	1, 2, 3, 4- 四氯苯	634-66-2	216	214, 218	15.29	5	3.91
10	五氯苯	608-93-5	250	252, 215	15.88	5	4.75
11	六氯苯	118-74-1	284	286, 282	16.52	5	2.28

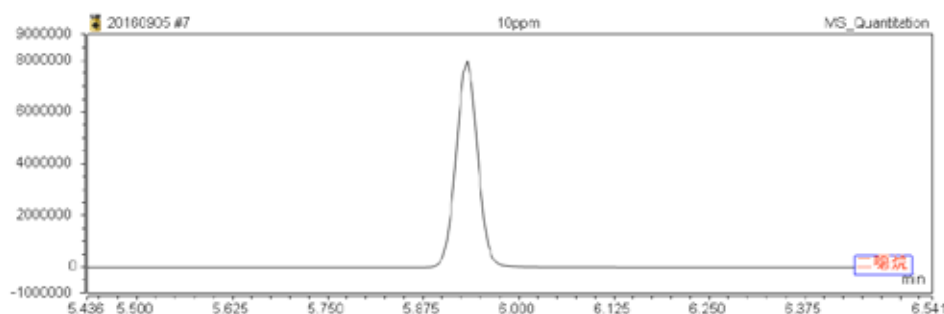
通过使用Thermofisher ISQ 气相色谱质谱联用仪可以在一针内确定各多氯苯的保留时间，方便定性的同时还能对其进行准确定量，经实验证明所采用的方法可以准确定量染料中多氯苯的含量。能够满足其日常检测要求。

### 顶空-气相色谱质谱法快速测定化妆品中的二噁烷含量

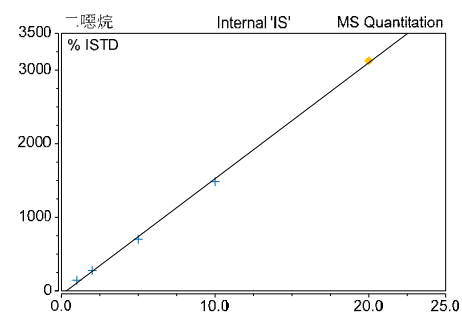
二噁烷（dioxane），别名二氧六环、1,4- 二氧己环。无色液体，稍有香味，属微毒类，对皮肤、眼部和呼吸系统有刺激性，并且可能对肝、肾和神经系统造成损害，急性中毒时可能导致死亡。二噁烷作为溶剂、乳化剂、去垢剂等，广泛用于牙膏、洗发水等个人护理产品中。目前中国没有二噁烷相关限量标准，但二噁烷属于化妆品中禁止作为生产原料添加的组分，美国规定化妆品中二噁烷的限量为小于20mg/Kg。

仪器：Trace 1310 -ISQ气相色谱质谱联用仪，EI源；Triplus300 顶空自动进样器

分析条件：色谱柱：TG-5MS（30 m×0.25 mm×0.25 μm），柱温：30 °C（5min）- 50°C /min-100 °C（2min）；进样模式：分流进样，分流比：20:1；进样量：1.0 μL；进样口温度：210°C；载气：氦气（99.999%），恒流模式，1.0mL/min。



二噁烷标准溶液顶空分析谱图



顶空测定二噁烷的线性图

使用HS-GCMS 检测化妆品中的二噁烷，方法简单，检测灵敏度高，选择离子的监测模式可以有效排除样品中的干扰组分，定量结果更加准确，方法重现性好，3次平行测定RSD在2.4-9.5%，回收率在67.3-94.0%，满足化妆品中二噁烷的测定需求。

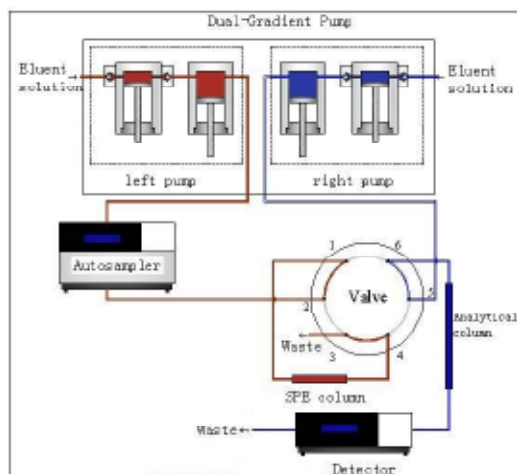
# LC/LCMSMS检测解决方案

## 在线固相萃取-高效液相色谱-紫外检测法测定聚合物中偶氮二异丁腈

偶氮二异丁腈 (AIBN) 常用作醋酸乙烯和丙烯酸酯等聚合或共聚合的引发剂, 其加入量直接影响聚合度。AIBN易燃, 有毒, 遇热分解放出氮气和含-(CH<sub>2</sub>)<sub>2</sub>-C-CN基团的有机氰化物, 对人体危害较大。

AIBN自身紫外吸收较弱, 分解温度为64 °C, 室温下缓慢分解, 100 °C急剧分解。一般在聚合物中含量较低, 采用HPLC-UV或者高灵敏度的质谱或者蒸发光散射检测器均无法达到要求。由于此聚合物样品中含有不易挥发的DMSO, 常见的无需加热的浓缩方式(如氮吹、冻干)也受阻。本文利用双三元高效液相系统(DGLC-3600), 采用在线固相萃取方式(On-line SPE)对样品进行在线富集后再进行HPLC检测, 实验证明此方法可行。

仪器: Ultimate DGP 3600系列, 包括有带在线脱气单元的双三元梯度泵; 自动进样器WPS 3000TSL(配2.5 mL半制备进样组件); 带有一个六通阀的柱温箱; 紫外检测器, Chromeleon软件分析柱: Acclaim® 120 C18(5 μm, 4.6 mm × 150 mm); 富集柱: Acclaim® 120 C18(5 μm, 4.3 mm × 10 mm); ”, 仪器连接图见下:



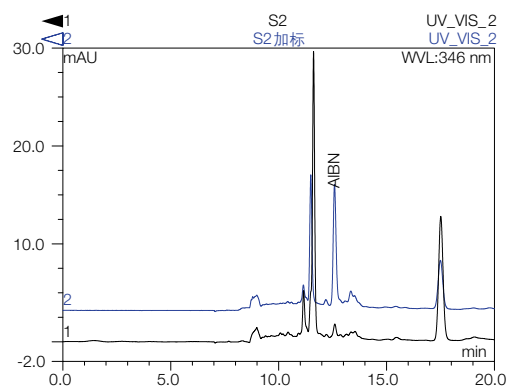
样品前处理: 准确称取1.0 g聚合物溶液, 在约10倍体积的二氯甲烷中沉淀, 于4 °C下10 000 r/min离心10 min。取上清液, 常温下氮吹除去二氯甲烷, 得到AIBN的二甲基亚砜溶液, 加入1 mL甲醇, 混合均匀, 用水稀释至10 mL, 于4 °C下10 000 r/min再次离心10 min, 过滤, 取上清液待测。

### 淋洗液组成及流速

富集泵 (Left Pump)	分析泵 (Right Pump)
10%ACN+90%H <sub>2</sub> O	50%MeAC+50% H <sub>2</sub> O

### 阀切换情况

时间 (min)	阀位置	备注
0	1-2	进样, 样品在 SPE 柱上富集
7	6-1	富集结束, 触发阀切换
13	1-2	等度洗脱



聚合物样品及样品加标谱图 (1-聚合物; 2-样品加标)

采用在线固相萃取技术, 同时进行了基体去除和待测组分富集, 可有效提高此类热不稳定且紫外响应较弱的化合物的检测灵敏度, 本方法灵敏度高, 方法重复性好。

## 采用Online SPE 液质联用法分析化妆品中的四种糖皮质激素类药物

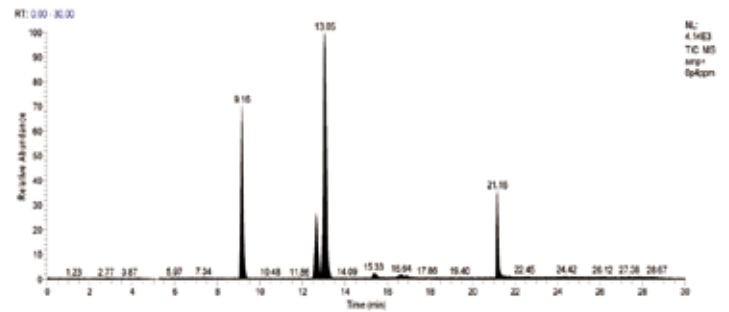
化妆品中添加“糖皮质激素，可降低毛细血管的通透性、减少渗出和细胞浸润，具有抗炎、抗过敏、免疫抑制、抗增生等作用。但含有此类激素成分的化妆品如果长期使用，皮肤就会产生如同上瘾的症状，只要停用，过敏症状就会加重发作、反弹，造成毛细血管扩张、萎缩，皮肤变薄，痤疮加重，色素沉着，甚至出现多毛、皮炎等症状。因此，“糖皮质激素”也被称作是“皮肤鸦片”，在我国是严禁用在化妆品当中的。

仪器：UltiMate 3000超高效液相色谱仪，包括有带在线脱气单元的二元梯度泵、自动进样器、柱温箱。质谱仪：TSQ Vantage (ESI)源

分析条件：分析柱：Acclaim 120 C18 3.0  $\mu\text{m}$  2.1  $\times$  150 mm；SPE柱：IonPac NG1-10  $\mu\text{m}$  Guard Column (4  $\times$  35 mm)；柱温：30  $^{\circ}\text{C}$ ；进样量：20.0  $\mu\text{L}$ ；流动相组成：SPE柱：A：水 B：乙腈 = 90:10；分析柱：A：0.1%甲酸水，B：0.1%甲酸乙腈。

样品前处理：准确称取0.2 g试样于5 mL聚丙烯离心管中，加入3 mL饱和氯化钠溶液，分散，再加2 mL乙腈，混合振荡2 min，5000 r/min

离心2 min，把上清液移入另一50 mL离心管，再用2 mL乙腈重复提取一次，合并上清液，加入40 mL纯水，再加入铁氰化钾和乙酸锌进行沉淀大分子，再离心过滤，直接上样分析。



加标回收率谱图（加标0.188  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 为例）

通过对TSQ vantage质谱参数的优化，同时采用online SPE在线富集浓缩的技术，一是可以去除干扰，二是可以提高分析通量，因此，该方法适合用于对化妆品中激素类药物的分析。

## IC检测解决方案

### 离子色谱法测定乙二醇、二乙二醇、三乙二醇中的氯离子

乙二醇是重要的石化行业产品，其在化工行业有广泛的用途，主要用于合成聚酯树脂和汽车防冻剂。二乙二醇和三乙二醇则主要作为溶剂和橡胶树脂的增塑剂。其中的氯离子含量会影响后续工艺，因此ASTM E2469-08规定使用离子色谱法测定其中的氯离子含量。

仪器：ICS系列离子色谱带淋洗液发生罐系统及辅助六通阀+AXP泵。

分析条件：分析柱：IonPac AS15 (4 mm  $\times$  250 mm)；浓缩柱：IonPac AG15 (4 mm  $\times$  50 mm)；流动相组成：

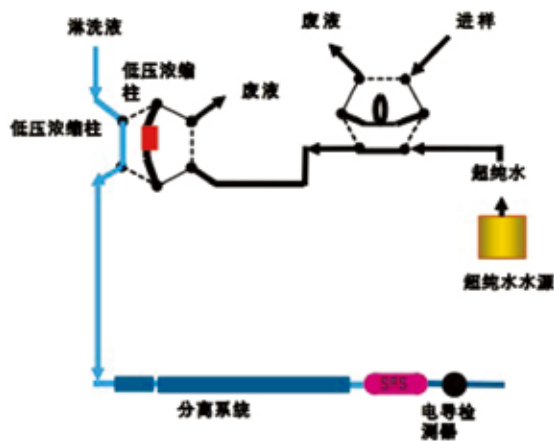
直接进样：KOH：0-17 min, 7.5 mmol/L；17-20 min, 7.5-45 mmol/L；20-25 min, 45 mmol/L；流速：1.2 mL/min；阀切换进样；KOH：0-17 min, 20 mmol/L；流速：1.2 mL/min；进样量：250  $\mu\text{L}$ ；柱温：30  $^{\circ}\text{C}$ ；检测方式：抑制型电导检测，外加水模式。

样品前处理：

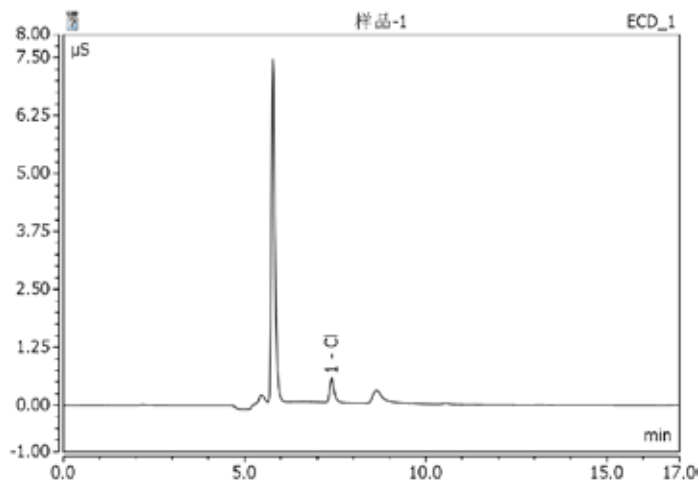
直接进样，即以注射器将样品直接注入定量环。因为此类物质均为高粘度，进样到水负峰冲出的过程，柱压会明显增高，并明显影响基线。

如果使用阀切换进样，则分析过程柱压没变化。阀切换进样的办法步骤（如下图所示）为：1）离子色谱系统主阀安装浓缩柱AG15（下图左阀），并常处于inject position状态；离子色谱系统辅助阀安装定量环（下图右阀）；2）辅助阀切换到Load position状态，样品以注射器注入辅助阀上的定量环中；系统主阀切换至load position状态，泵入超纯水约2ml，使浓缩柱AG15流出液呈中性；3）辅助阀切换到inject position状态，继续泵入纯水约2ml，将样品完全从定量环转载入浓缩柱AG15上，并将醇基体冲掉；4）主阀切换到inject position，开始样品分析。





阀切换系统结构图



阀切换进样250 μL测定色谱图

乙二醇（含Cl 0.027 mg/L）样品连续5次进样测定，保留时间RSD为0.03%，峰面积RSD为1.99%，表明低浓度样品连续进样保留时间及峰面积均可保持较好的重复性。加标0.1 ppm Cl，加标回收率为102%。

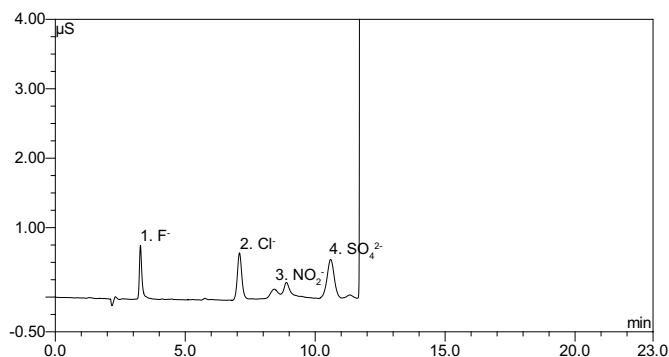
使用IonPac AS15柱、KOH淋洗，可以分析乙二醇样品中μg/L级别的氯离子，特别通过阀切换进样的方式，可以消除大部分基体的影响，检测限可达1 μg/L，大大优于原标准方法。

### 离子色谱法测定浓硝酸中的痕量阴离子

无机阴离子的含量是浓硝酸试剂品质的一个重要指标。如在半导体加工工业中，硝酸常被当作刻蚀剂用来刻蚀晶圆，试剂中混杂的痕量氯离子会严重影响半导体器件的质量。因此，对于不同级别的浓硝酸试剂，无机离子杂质尤其是氯离子、硫酸盐等有着严格的限量要求。国标对工业硝酸要求硫酸盐含量小于0.08%，68%硝酸（优级纯）要求硫酸盐含量0.0001%、氯离子<0.00005%。

仪器：Integrion离子色谱仪，配EG-KOH淋洗液发生器

分析条件：分析柱：IonPac AS15，250×4 mm；IonPac AG15，50×4 mm；柱温：30 °C；淋洗液：KOH梯度淋洗，0~15 min：38 mmol/L；15 min~20 min：50 mmol/L；20~25 min：38 mmol/L；流速：1.0 mL/min；进样量：25 μL；检测方式：抑制型电导检测，阴离子自动电解连续再生微膜抑制器AERS 500e-4 mm，外加水模式，抑制电流124 mA。



加标样品色谱图

样品的测定结果及其加标回收率 (\*n.d.: 未检出)

检测成份	样品含量 mg/L	加标量 mg/L	检出量 mg/L	回收率 %
F <sup>-</sup>	n.d.*	2.0	2.06	103.0
		10.0	10.12	101.2
Cl <sup>-</sup>	2.9	5.0	7.88	99.6
		25.0	27.68	99.1
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	n.d.	10.0	8.82	88.2
		50.0	42.37	84.7
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	2.7	10.0	12.54	98.4
		50.0	53.15	100.9

### 离子色谱法测定塑料里的六价铬

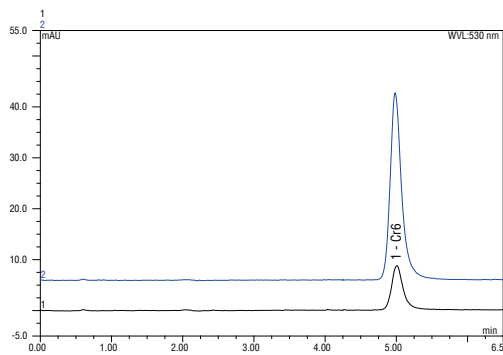
六价铬为极毒物，可通过消化、呼吸道、皮肤及粘膜侵入人体，而且很容易被吸收，能造成遗传性基因缺陷而致癌，以及鼻出血、溃疡和鼻中隔穿孔，肾脏和肝脏的损伤等诸多的其他健康问题，过量的六价铬甚至有致死作用，因此对环境有持久危险性。

仪器：ICS-600离子色谱仪

分析条件：分析柱：IonPac NG1 保护柱，50×4 mm；IonPac AS7 分离柱，250×4 mm；淋洗液：250 mmol/L (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>- 100 mmol/L NH<sub>4</sub>OH，等度淋洗；流速：1.0 mL/min；衍生试剂：2 mmol/L二苯卡巴肼，0.5 mmol/L硫酸，10%甲醇；柱后流速：0.33 mL/min；定量环：250 μL；检测方式：紫外可见光 530 nm；

进样方式：自动进样。

样品前处理：将待测塑料制品磨碎，准确称取0.5 g样品，置于20 mL具塞试管，加入10 mL甲苯，振荡1 h，静置15 min，取上清液2 mL至50 mL具塞试管中，加入提取液10 mL，震荡萃取1 h，分离移去有机相，将提取液稀释10倍后过0.22 μm微孔滤膜，续滤液直接进样分析。



1. 样品色谱图; 2. 加标 (100 mg/Kg) 样品色谱图

方法对实际样品中六价铬的检出限为0.41 mg/Kg，定量限1.1 mg/Kg。样品中分别按10、50和100 mg/Kg的含量添加六价铬，测定后计算萃取回收率，回收率为96.8~105.1%。

离子色谱法测定塑料制品中六价铬的方法，样品前处理简单、方便。方法稳定，线性范围内相关性好，准确度高，专属性好。将方法应用于塑料制品有害物检测、废弃物污染监测等领域具有较高的实用价值。

# AA、ICP、ICPMS检测解决方案

## 赛默飞ICP-OES法测定钴酸锂电池材料中锂及20种杂质元素含量

锂离子电池的正极材料目前主要有钴酸锂、锰酸锂、镍酸锂、磷酸铁锂及锂钴锰镍复合氧化物，钴酸锂作为正极材料的锂离子电池主要应用于能量密度要求高的移动电话、笔记本电脑等领域；但由于受到钴酸锂原料加工合成工艺的影响，在合成过程中条件稍有变化就容易生成杂质，降低材料的储能容量。另外，在锂电池的充放电循环过程中，由于铁等多种杂质元素的存在常常导致材料晶体结构的塌陷，最终会严重的影响电化学循环寿命和带来安全性的潜在因素。因此，能够准确测定钴酸锂电池材料中的杂质元素含量将具有重要意义。

仪器：Thermo Scientific iCAP 6000 系列ICP等离子体发射光谱仪

试剂及标准品：高纯盐酸，35% v/v； Al、Ni、V、B、Ca、Mg、Cu、Fe、Mn、Zn、Pb、Cr、K、Na、As、Cd、P、Sb混合标准溶液、Si、Sn标准溶液，1000 µg/mL（SPEX CertiPrep）； Li标准溶液，1000 µg/mL（国家标准物质研究中心）；

样品前处理：准确称取0.2500 g样品置于30 mL HPDE样品瓶中（称重前记录每一样品瓶的净重，对于若干个的同一类型样品而言，只需对其中的任何一个样品平行称取4份即可，用于加入不同量的标准溶液以获得各杂质元素的标准曲线斜率），加入1 mL高纯水润湿样品，加入3 mL高纯盐酸，并半旋紧样品瓶盖用于回流，置于90°C电热板上加热至样品完全溶解后，取下冷却后，待依次加标或稀释。

1000 µg/mL钴基体条件下20种杂质元素检出限与方法定量限

元素	波长 (nm)	检出限 (µg/mL)	方法定量限 (µg/g)	元素	波长 (nm)	检出限 (µg/mL)	方法定量限 (µg/g)
Al	396.152	0.015	4.5	Zn	213.856	0.0006	0.18
Ni	213.556	0.0024	0.72	Pb	182.205	0.013	3.9
V	309.311	0.0018	0.54	Cr	206.157	0.0015	0.45
B	182.641	0.0024	0.72	K	766.490	0.013	3.9
Ca	396.847	0.0006	0.18	Na	589.592	0.004	1.2
Mg	280.270	0.0001	0.03	As	189.042	0.009	2.7
P	177.495	0.009	2.7	Sb	206.833	0.018	5.4
Cu	213.598	0.003	0.9	Cd	214.438	0.0003	0.09
Fe	259.940	0.0039	1.17	Si	212.412	0.008	2.4
Mn	257.610	0.0006	0.18	Sn	189.989	0.0045	1.35

钴酸锂样品中20种杂质元素测量结果及精密度 (n=3)

元素	波长 (nm)	平均值 (µg/g)	精密度 (RSD,%)	元素	波长 (nm)	平均值 (µg/g)	精密度 (RSD,%)
Al	396.152	44.15	1.94	Zn	213.856	1.35	2.80
Ni	213.556	2.58	3.49	Pb	182.205	10.27	2.65
V	309.311	<0.54	----	Cr	206.157	3.45	2.81
B	182.641	<0.72	----	K	766.490	<3.9	----
Ca	396.847	15.45	1.53	Na	589.592	10.25	1.76
Mg	280.270	43.57	0.60	As	189.042	3.51	3.24
P	177.495	7.33	3.72	Sb	206.833	<5.4	----
Cu	213.598	3.22	1.43	Cd	214.438	0.30	1.95
Fe	259.940	15.57	1.19	Si	212.412	34.32	0.79
Mn	257.610	3.21	0.72	Sn	189.989	4.65	2.37

测试结果表明iCAP 6000系列光谱仪具有更佳的灵敏度、稳定性好、分析速度快、谱线可选择性强、运行成本低等技术优势，完全适用并能够更好的满足和完成多种杂质元素的测量需求。

## 赛默飞iCAP Q ICPMS测定化妆品中Be,Cr, Cd,Te,Nd,Tl,As和Pb等有害金属元素含量

化妆品是与人们日常生活紧密相关的轻化工产品，若化妆品配方或生产工艺中引入过量重金属元素，将严重地威胁消费者的健康，因此对化妆品中有害成分的检验就显得尤为必要。近年来，随着对金属元素毒理研究的深入，化妆品中需要关注的有害元素种类不断增，各国均出台了各种相关条例对化妆品的卫生化学指标和禁用、限用物质作了严格规定，如砷（As）、铅（Pb）、铬（Cr）、铍（Be）、镉（Cd）、锑（Sb）、铊（Tl）等，长期接触过度引入上述元素的化妆品，会对人体造成一定的伤害。对于化妆品中各元素的测定，如分光光度法、原子吸收法等，方法手续繁琐、分析周期长。ICPMS作为准确、快速、灵敏度高的多元素检测技术得到了越来越多的应用和发展。

仪器：iCAP Q ICPMS

试剂及标准品：高纯硝酸（Trace Metal Grade, Fisher Scientific）；元素标准溶液（SPEX）

样品前处理：称取0.1 g样品（粉、霜、膏），置于聚四氟乙烯微波消解罐中，加入6 mL的HNO<sub>3</sub>和2 mL的H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>，加盖置于电热板上预消化30min，冷却后按预先设好的微波消解程序加热消解，程序结束后，冷却至室温，打开微波消解罐，低温赶酸（小于90度），赶酸完毕后，将消解液转移至HPDE瓶中，定容至25 mL混匀后静置待测。

### 仪器参数

Parameter	Value	Parameter	Value
Analyzer Pressure Readback (mbar)	7.57E-07	Plasma Power (W)	1550.00
Spray Chamber Temperature (°C)	2.70	Peristaltic Pump Speed (rpm)	40.00
Cool Flow (L/min)	14.00	Auxilliary Flow (L/min)	0.80
Sampling Depth (mm)	5.00	Nebulizer Flow (L/min)	1.08
Torch Horizontal Position	-1.43	Torch Vertical Position	-0.90

### 加标回收测试结果

样品	本底测定值	RSD	加标量	测定值	RSD	回收率
Be (µg/g)	0.82	1.3	2.5	3.14	1.5	92.8 %
Cr (µg/g)	6.14	2.6	2.5	8.41	1.6	90.8 %
Nd (µg/g)	0.06	2.3	2.5	2.52	2.1	98.4 %
Pb (µg/g)	1.78	2.6	2.5	4.32	1.4	101.6 %
Te (ng/g)	0.27	2.6	100	100.5	1.2	100.2 %
Tl (ng/g)	245	2.4	100	339	1.6	94.0 %
As (ng/g)	30	2.4	100	133	1.2	103.0 %
Cd (ng/g)	6.6	2.8	100	108	1.3	101.4 %

实验选取了不同样品基质（粉霜、膏状）化妆品，采用微波消解前处理，ICPMS分析多种有害元素，样品基质的变化只需采用在线引入的内标元素校正即可，对样品中不同浓度级别的待测元素均可一次测定完成分析，通过回收率等实验数据表明，赛默飞世尔的iCAP Q ICPMS能够完全满足此类样品的分析测试要求。

赛默飞世尔科技(中国)有限公司

**免费服务热线：800 810 5118**  
**400 650 5118 (支持手机用户)**

**ThermoFisher**  
**SCIENTIFIC**