

密闭容器消解化妆品

为了避免在经常使用口红、指甲油或牙膏等产品后中毒，国家和国际法规严格控制化妆品中的重金属浓度



1 简介

Multiwave 5000转子8N能够完美地应付极端高温高压的消解，并实时监测所有反应管的温度和压力。为了确保所有惰性无机材料的完全消解，有时需要高温下长达一小时或更长时间的消解。此外，许多化妆品的消解需要使用氢氟酸。

1.1 法规及标准方法

在市场销售的化妆品，必须遵守当地的法规。表1列出了最重要的法规：

欧盟	规例(欧洲共同体)第1223/2009号(取代76/768/EEC)
美国	21 CFR, 化妆品法规
东盟*	东盟统一化妆品条例(*东南亚国家联盟)
日本	日本药事法

表 1: 化妆品管理规定

2001年，日本市场上的新化妆品通告取代了以前需要的认证。同样的情况也发生在美国和欧盟，那里的官方实验室只控制市场上产品的符合性。

在美国，化妆品配料由化妆品成分审查(CIR)专家小组控制。

在欧盟，化妆品由消费者产品科学委员会(SCCP)管控。

在欧盟，对不同有毒或关键化合物的分析是通过包括样品制备方法在内的标准化指令进行监管的。东盟地区规定了微量金属元素分析，包括使用ACM 05指令进行微波密闭容器样品制备。在美国和日本，法规只包括浓度限制或禁用物质清单，而没有建议详细的分析过程。在这种情况下，样品准备和分析需要符合官方认可的方法和GLP规定。

封闭酸消解法有很多优势，但是官方并没有强制要求使用密闭消解法。

1.2 样本制备的挑战和需求

当使用密闭容器消解时，用户必须记住，一些惰性物质(如颜料)和非常活跃的化合物(如油或脂肪)的复杂组合比较难消解。消解这些混合物需要高性能系统提供高温以达到完全消解，同时也可以耐受消解过程中有机化合物分解产生气体形成的巨大压力。此外，油脂容易自发反应，需要对反应过程进行监测和控制，以避免容器破裂和样品损失。

2 仪器

所有的消解都是在Multiwave PRO中进行的，它是目前型号Multiwave5000的前身。使用相同的转子，容器和附件，所有方法都适用于Multiwave5000。Multiwave5000转子8N是完美的系统，以应付这一挑战：

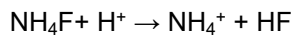
- 完全消解的最高温度，
- 极端耐压容器，
- 对所有反应管的反应过程全程监控。

为了确保所有惰性无机材料的完全消解，有时需要高温下长达一小时或更长时间的消解。此外，许多化妆品的消解需要使用氢氟酸。

小技巧:

许多实验室希望在不使用氢氟酸的情况下完全消解。如何克服这种困境？

使用固体氟化物(如 NH_4F)可在生成所需的氢氟酸



加入1g NH_4F (和1ml H_2O)代替1ml浓氢氟酸。

1 g NH_4F 27 mmol

1 mL HF (40 %) 23 mmol

1 mL HF (48 %) 28 mmol

这种方法避免了直接存储和处理浓氢氟酸。消解完成后与硼酸进行络合，以便与游离氟离子结合。

Multiwave 5000使用PTFE-TFM内管，工作温度高达 260°C ，能够耐强酸和高温，保证物质完全消解。

除酸消解外，也可以通过酸浸提测定多种元素。根据样品组分不同，通常需要30到70分钟的加热时间来提取所需元素。

8NXQ80转子以其独特的高性能石英管和高达 300°C 的工作温度完美地覆盖了这一应用(图1)。

对于易消解或取样量小的样品，转子16HF100可以作为转子8N的一个很好的替代品。16位转子可同时消解更多样品，并支持使用耐HF的PTFE-TFM反应管进行消解(图2)。



图 2: Rotor 16HF100



图 1: Multiwave 5000 with Rotor 16, Rotor 8 and microtiter plates

3 Multiwave 5000消解化妆品应用

下面的表2显示了使用上述转子进行化妆品相关样品的消解方法。

	Rotor - No. of Vessels	Weight [mg]	Reagents	Power/Temp	Ramp [min]	Hold [min]	Fan
Bath oil	8NXQ80-4	300	8 mL HNO ₃	400 W 800 W 70°C	0 15	15 15	1 1 3
Cream ^a	16HF100 ^b	400	3 mL HNO ₃ 2 mL HF 3 mL H ₂ SO ₄	240°C 70°C	15	25	1 3
Cream ^a	8NXF100-4	800	8 mL HNO ₃ 1 mL HF	850 W 70°C	5	25	1 3
Glycerol	8NXQ80-8	400	6 mL HNO ₃ 1 mL H ₂ O	500 W 1200 W 70°C	15	20 15	1 1 3
Lipstick ^a	8NXF100-4	300	6 mL HNO ₃ 2 mL HF	850 W 70°C	10	30	1 3
Mica ^a	16HF100 ^b	100-300	4 mL HNO ₃ 2 mL H ₂ O 2 mL HF 4 mL H ₂ SO ₄	240°C 70°C	15	45	1 3
Pearl ^a	16HF100 ^b	200	4 mL HNO ₃ 2 mL H ₂ O 2 mL HF 4 mL H ₂ SO ₄	240°C 70°C	15	45	1 3
Pigment (inorganic) ^a	8NXF100-4	600	1 mL HClO ₄ 4 mL HF 2 mL H ₂ O	900 W 70°C	10	50	1 3
Soap	8NXQ80-4	300	8 mL HNO ₃	400 W 800 W 70°C	0 15 0	15 15	1 1 3
Talcum ^a	8NXF100-4	300	4 mL HNO ₃ 2 mL HCl 2 mL HF	900 W 70°C	5	50	1 3
Titanium oxide ^a	8NXF100-8	300-600	3 mL HF 3 mL H ₂ O	1500 W 70°C	10	20	1 3
Urea	8NXQ80-4	600	8 mL HNO ₃ 2 mL HCl	850 W 70°C	15	30	1 3
Zinc oxide ^a	16HF100 ^b	400	4 mL HNO ₃ 2 mL HF 2 mL H ₂ O ₂	240°C 70°C	10	50	1 3

表2:化妆品的应用

a...必须络合

b...温度程序与反应管的数量无关

4 结论

结果表明，密闭微波技术为工业实验室和公共实验室在消费者保护领域提供了完美的解决方案。使用固体氟化物可以完全溶解无机组分，而不需要处理浓氢氟酸。石英和PTFE-TFM反应管均可适用于酸消解和酸浸提。



Contact Anton Paar GmbH

Tel: +43 316 257-0

asc@anton-paar.com | www.anton-paar.com