

ICP-OES 法测定食品接触用油墨中铅、汞、镉、铬和砷元素的含量

ICP-163

摘要：参考《食品安全国家标准 食品接触材料及制品用油墨》（征求意见稿）附录 A，使用岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）分析了食品接触用油墨中多种重金属元素的含量。分析结果显示，该方法各元素检出限为 0.005~0.17 mg/kg，优于国家标准要求；相对标准偏差（RSD）0.09%~5.62%，重复性良好，样品加标回收率为 96.9~109%，该方法适用于食品接触用油墨中铅、汞、镉、铬和砷元素含量的测定。

关键词：ICP-OES 食品接触用油墨 重金属

油墨在食品接触材料及制品中应用广泛，食品包装印刷主要是为了给最终消费者提供信息，其中一些信息是法律要求的，如净含量、供应商信息、成分信息、过敏原的和营养成分信息等；此外，油墨印刷在食品包装的外观和广告中起着重要的作用。食品接触用油墨是指印刷在食品接触材料及制品的食品接触面，预期会直接与食品接触的油墨。油墨安全影响着食品的安全。食品安全国家标准对食品接触用油墨的安全

性有着严格的要求，其中，在重金属残留指标方面，限定铅和汞含量不得高于 10 mg/kg，镉和砷含量不得高于 5 mg/kg，铬含量不得高于 25 mg/kg。

电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES）应用于元素分析，具有测定线性范围宽、精密度高、分析速度快、多元素可以同时测定等优点。本文使用岛津电感耦合等离子体发射光谱仪（ICPE-9820）测定了食品接触用油墨中铅、汞、镉、铬和砷元素的含量。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9820 电感耦合等离子体发射光谱仪。

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均使用硝酸溶液（1+1）浸泡 24 小时后，用超纯水冲洗，干燥后备用；实验所用硝酸、盐酸和氢氟酸纯度为电子级，实验用水为超纯去离子水。

1.3 仪器条件

表 1 ICP-OES 分析条件

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
高频功率	1.20 kW	等离子体气流速	10.0 L/min
辅助气流速	0.60 L/min	载气流速	0.70 L/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器类型	同轴雾化器
雾化室	旋流雾化室	高频频率	27.12 MHz

■ 样品前处理

准确称取 0.5000 g 经粉碎的样品于聚四氟乙烯消解罐中，加入 6 mL HNO₃，2 mL HCl 和 2 mL HF，将消解罐密封后置于微波消解仪中按照表 2 设定程序进行消解。消解结束后，将消解罐放在控温电热板上于 140°C 加热 30 min，然后将消解液全部转移至 25 mL 容量瓶中，用水冲洗消解罐 2 次并定容至刻度，混匀，试液经 0.45 μm 滤膜过滤后待测。同法制备空白样品和加标样品。

表 2 微波消解升温程序

步骤	升温时间 (min)	控制温度 (°C)	恒温时间 (min)
1	10	120	10
2	15	150	10
3	10	180	30

■ 结果与讨论

3.1 标准曲线和检出限

使用 2% 的硝酸配置 Pb、Cd、Cr 和 As 混合标准溶液，配制浓度 0、0.04、0.1、0.2、0.5、1.0 mg/L 标准序列；使用汞标准稳定剂（Au 元素含量为 1 mg/L 的 2% 硝酸溶液）单独配制系列浓度为 0、0.04、0.1、0.2、0.5、1.0 mg/L 的汞元素标准溶液。部分元素标准曲线图如下：

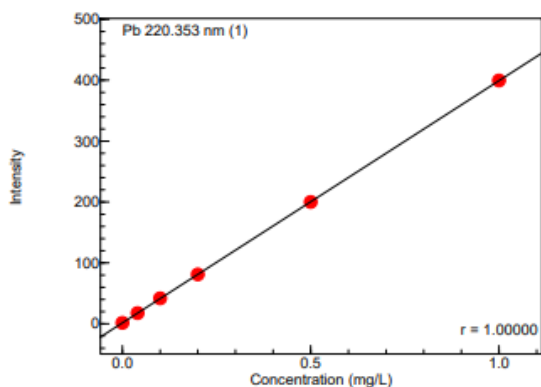


图 1 铅 (Pb) 标准曲线 $r=1.00000$

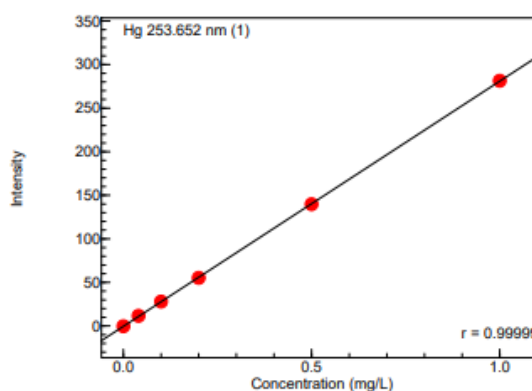


图 2 汞 (Hg) 标准曲线 $r=0.99999$

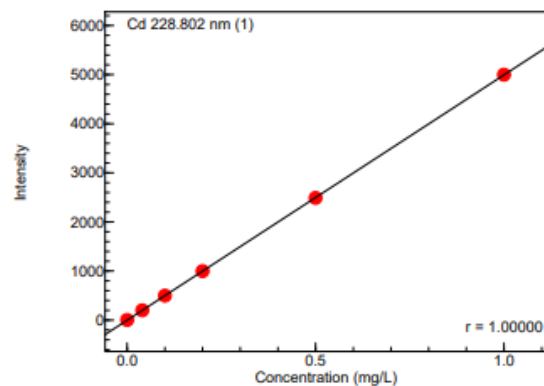


图 3 镉 (Cd) 标准曲线 $r=1.00000$

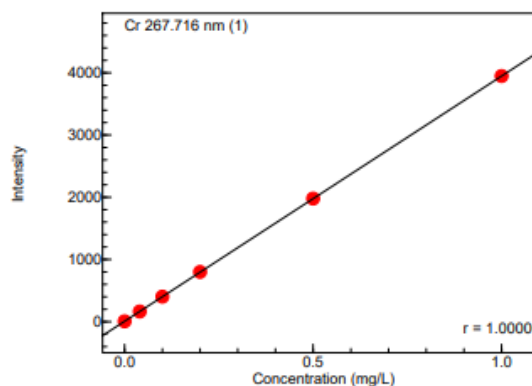


图 4 铬 (Cr) 标准曲线 $r=1.00000$

以样品空白溶液连续测定 10 次，计算检出限，按照称量 0.5 g 定容至 25 mL 计算得到该方法的检出限 (MDL)，各元素检出限为 0.005~0.17 mg/kg，均优于标准要求，详细结果见 3。

表 3 方法检出限

元素	分析波长 (nm)	观测方向	方法检出限 (mg/kg)	标准要求检出限 (mg/kg)
Pb	220.353	轴向	0.085	0.2
Hg	253.652	轴向	0.13	0.4
Cd	228.802	轴向	0.005	0.2
Cr	267.716	轴向	0.025	0.5
As	193.759	轴向	0.17	0.6

3.2 样品结果

将处理后的油墨样品直接上机测定，并按照各元素的 1/10 标准限量值浓度水平、1/2 标准限量值浓度水平和限量浓度水平进行加标回收实验，加标回收率 96.9~109%，测定结果见表 4，

表 4 油墨样品测试结果

元素	样品含量 (mg/kg)	加标量 (mg/kg)	加标结果 (mg/kg)	回收率 (%)	RSD (%, n=3)
Pb	N.D.	1.00	1.01	101	5.37
		5.00	5.25	105	1.24
		10.0	10.4	104	0.51
Hg	N.D.	1.00	0.969	96.9	4.92
		5.00	5.38	108	1.56
		10.0	10.5	105	1.72
Cd	N.D.	0.50	0.54	108	1.09
		2.50	2.61	104	0.61
		5.00	5.17	103	0.39
Cr	N.D.	2.50	2.73	109	1.08
		12.5	13.4	107	0.26
		25.0	26.8	107	0.09
As	N.D.	0.50	0.52	104	5.62
		2.50	2.62	105	3.08
		5.00	5.00	100	1.90

N.D.: 未检出

■ 结论

使用岛津 ICPE-9820 型电感耦合等离子体发射光谱仪分析了食品接触用油墨中多种重金属元素含量，该方法灵敏度高，分析稳定性好，一次进样多元素同步分析，工作效率高。ICPE-9820 垂直炬管设计，可有效降低样品残留和防止炬管积碳积盐，ICPEsolution 操作软件在测试结束后可后添加元素及波长，自动推荐最佳波长功能，缩短数据处理时间，提高测试效率和分析结果的准确性。

岛津应用云

