

ICPMS-2030 测定大米中多元素的含量

ICPMS-012

摘要：参考全国土壤污染状况详查农产品样品分测试方法技术规定，使用岛津 ICPMS-2030 型电感耦合等离子体质谱仪测定标准品大米 GSB-22 中多元素的含量。实验结果表明，该方法操作简单，定量准确，线性范围宽，测定值与标准值吻合，加标回收率在 94.0~101% 之间，可满足大米中多种金属元素高低含量的同时分析。

关键词：大米 ICPMS-2030 金属元素

大米是东方人的主食，大米可提供丰富维生素、纤维素、蛋白质、花青素等营养成分，具有补中益气、健脾养胃、益精强志、和五脏、通血脉、聪耳明目、止烦、止渴、止泻的功效，米粥具有补脾、和胃、清肺功效。但是工业化进程中导致土壤受到了不同程度的污染，间接导致了大米种植过程中重金属污染，所以对于大米中金属的监控十分有必要。

《全国土壤污染状况详查农产品样品分测试方法技术规定》是针对“全国土壤污染状况详查”所采集的农产品样品中无机元素分析的需要，参照相关国家标准和行业标准制定的适用于农产品样品分析测试的技术规定。本文建立了采用岛津新品电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 测定了标准品大米 GSB-22 中多种金属元素含量。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿分别为塑料或玻璃材质，使用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO₃ 为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的采集和样品前处理

称取 0.4 g (精确至 0.0001 g) 试样于聚四氟乙烯微波消解罐中，加入 4 mL HNO₃，盖上消解罐盖，放入微波消解仪消解。消解结束后冷却至室温，打开密闭消解罐，将消解液转移至 50 mL 容量瓶中，用超纯水定容至刻线，摇匀，待测。

1.4 仪器参数

等离子体参数：

高频功率：1.2 kW

辅助气流速：1.1 L/min

炬管类型：Mini

雾化室：旋流

采样深度：5.0 mm

等离子体气流速：8.0 L/min

载气流速：0.7 L/min

雾化器类型：同心

雾室温度：5℃

高频频率：27.12 MHz

碰撞池参数：

碰撞气种类：He

池电压：-21 V

碰撞气流速：6.0 mL/min

能量过滤器电压：5.0 V

结果讨论

2.1 标准曲线溶液配制

配制介质为 2% HNO₃ 的 As、Cd、Cr、Mn、Mo、Ni、Zn 元素不同浓度标准溶液于 100 mL 容量瓶中，配制浓度如表 2 所示，内标元素 In 浓度均为 10 μg/L，Ge 浓度为 50 μg/L。

表1 标准溶液浓度及分析质量数

元素	质量数 (amu)	标准曲线浓度(μg/L)					
		STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
As	75	0	0.4	2	10	--	--
Cd	114	0	0.4	2	10	--	--
Cr*	52	0	0.2	1	5	--	--
Mn	55	0	--	--	20	100	500
Mo	98	0	1.6	8	40	--	--
Ni	60	0	0.4	2	10	--	--
Zn	66	0	--	--	20	100	500

注: *为非使用氦气 碰撞模式

2.2 部分元素标准曲线如下:

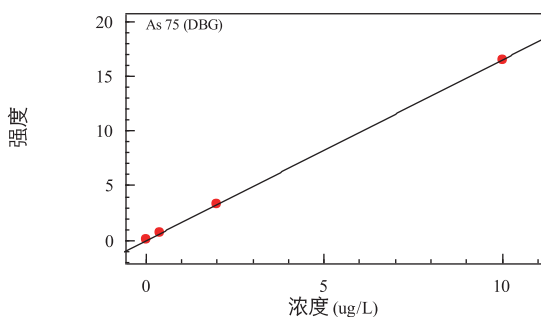


图1 As元素的标准曲线 $r=1.00000$

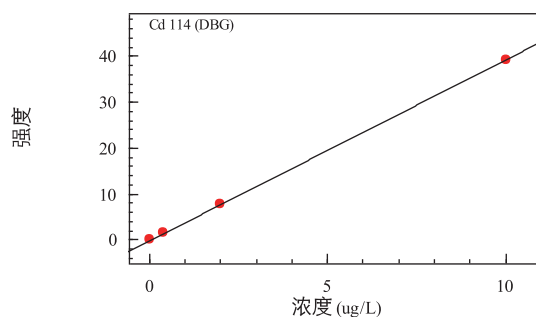


图2 Cd元素的标准曲线 $r=1.00000$

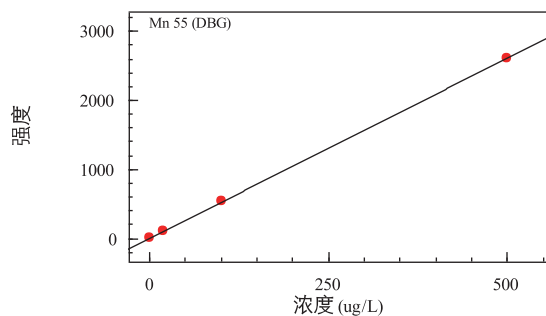


图3 Mn元素的标准曲线 $r=0.99997$

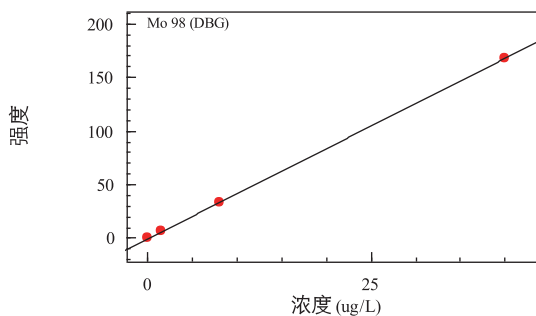


图4 Mo元素的标准曲线 $r=1.00000$

2.3 部分元素质量轮廓图

质谱分析存在着同量异位素干扰、多原子离子干扰、难熔氧化物干扰、双电荷离子干扰和基体干扰等多种类型的干扰因素。ICPMS-2030 的八极杆碰撞池通过引入氦气碰撞,可以有效地消除干扰。当分析结果异常,需要经验去识别甄选时,岛津 LabSolutions ICPMS 软件具有独特的“诊断助手”功能,可根据各元素的质量灵敏度、等效背景浓度、干扰情况等因素综合判断,对结果做出“Best”,“Good”和“NG”的判断,并给出相应的诊断依据,可大大提高分析效率并保证分析结果的准确性。

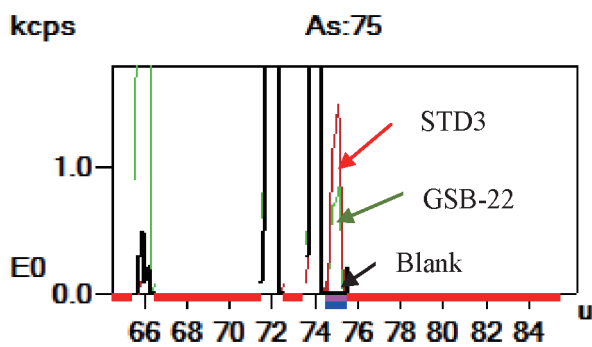


图5 As元素质量轮廓图

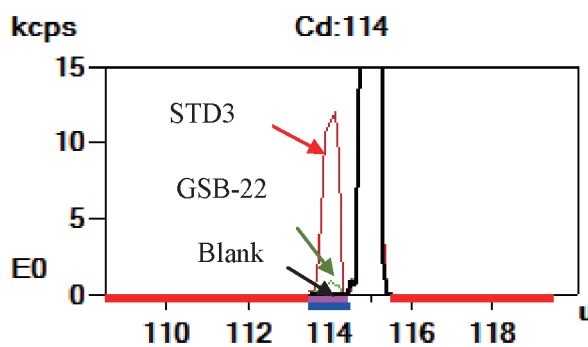


图6 Cd元素质量轮廓图

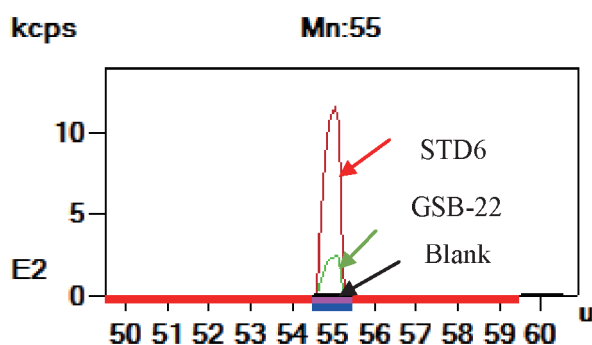


图7 Mn元素质量轮廓图

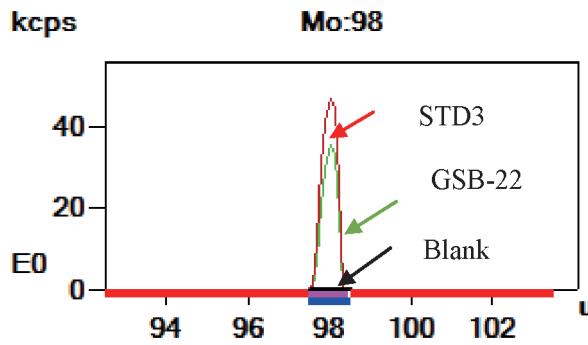


图8 Mo元素质量轮廓图

2.4 方法检出限

按照实验方法对标准曲线空白的分析元素进行 10 次测定，以结果的 3 倍标准偏差所对应的浓度值作为仪器检出限，并根据样品处理方法计算方法检出限，结果列于表 2。

表2 方法检出限

元素	仪器检出限($\mu\text{g/L}$)	方法检出限(mg/kg)
As	0.008	0.001
Cd	0.001	0.0001
Cr*	0.02	0.003
Mn	0.06	0.008
Mo	0.002	0.0003
Ni	0.02	0.003
Zn	0.02	0.003

注：*为非使用氦气 碰撞模式

2.5 样品分析及加标回收率

使用 ICPMS-2030 直接测定 GSB-22 大米粉样品中多种金属元素的含量，并进行加标回收实验。实验结果见表 3。

表3 GSB-22分析结果

元素	校正内标	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	样品含量 ($\mu\text{g/g}$)	标准值 ($\mu\text{g/g}$)	RSD(%) (n=3)	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 (%)
As	^{72}Ge	0.82	0.10	0.12 \pm 0.03	2.56	1.00	1.76	94.0
Cd	^{115}In	0.12	0.016	0.018 \pm 0.002	4.80	1.00	1.12	100
Cr*	^{74}Ge	1.30	0.16	0.17 \pm 0.05	2.89	0.5	1.77	94.0
Mn	^{72}Ge	88.1	11.0	11.5 \pm 0.6	0.64	100	186	97.9
Mo	^{115}In	5.15	0.64	0.61 \pm 0.03	0.82	4.0	9.20	101
Ni	^{72}Ge	1.48	0.19	0.21 \pm 0.06	3.14	1.0	2.43	95.0
Zn	^{115}In	112.1	14.0	14.6 \pm 0.6	0.68	100	209.5	98.5

注：*为非使用氦气 碰撞模式

■ 结论

使用岛津公司新品 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪测定了 GSB-22 大米粉样品中金属元素含量，加标回收率在 94.0~101% 之间。该方法具有灵敏度高，检出限低，精密度高，分析速度快，操作简单，可行性高等特点，可以完全满足大米中多种金属元素准确分析的要求。