

ICPMS-2030 测定猪肝中多种金属元素

ICPMS-052

摘要：参考 GB5009.268-2016《食品安全国家标准食品中多元素的测定》标准，采用微波消解样品前处理方法，使用岛津 ICPMS-2030 型电感耦合等离子体质谱仪测定了猪肝中 As、Cd、Cr、Hg、Pb 和 Fe 等 14 种金属元素含量。结果表明，该方法具有灵敏度高，检出限低 (0.15~2164.86 μg/kg)，精密度高 (RSD≤4.5%)，测定结果与猪肝标准参考物质 (GBW(E)10051) 标准值吻合，该方法适用于内脏食品中多元素检测。

关键词：食品 猪肝 ICPMS-2030 金属元素

内脏食品是广大群众喜爱的食品，比如肝脏。近年来因环境污染和饲料工业化大声唱中各种添加剂的使用，有可能导致有害元素在动物内脏中的蓄积，尤其是镉，不仅是致癌物质，小剂量长期摄入，易导致“痛痛病”这样的公害病，因此建立内脏食品中微量元素的测定方法具有重要意义。

以往内脏中重金属检测方法有比色法、紫外可见分光光度法、原子吸收分光光度法、原子荧光分光光度法、

ICP-AES 法，前 4 种方法须单个元素逐一分析，测定速度慢，效率低，ICP-AES 法对于汞、镉、砷等元素的检出能力低，灵敏度不够。

ICP-MS 具有灵敏度高、抗干扰能力强、线性范围宽、可同时进行多元素分析等优点，在元素分析领域的应用进展迅速。本文依据 GB5009.268-2016 标准，采用微波消解样品，使用 ICP-MS 测定猪肝中 As、Cd、Cr、Hg、Pb 和 Fe 等 14 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 样品的前处理

样品于 80℃ 烘 4 h 后用于测试，称取 0.2 g (精确至 0.0001 g) 试样于聚四氟乙烯微波消解罐中，加入 6 mL HNO₃，盖上消解罐盖，放入微波消解仪中按照表 1 程序消解。消解结束后冷却至室温，打开密闭消解罐，使用去离子定容至 25 mL 容量瓶中。同法制作样品空白。

表1 微波消解程序

阶段	升温时间/min	温度/℃	保持时间/min
1	10	120	10
2	10	180	30

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：8.0L/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：7.0 V

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线溶液配制

使用 20% HNO_3 配制 As、Cd、Cr、Hg、Pb、Fe 等 14 种元素的标准曲线溶液，配制浓度如表 2 所示。配制汞标准曲线时，需加入汞标准稳定剂：取 2mL 金元素 (Au) 溶液，用硝酸溶液 (5+95) 稀释至 1000 mL，终浓度为 2 mg/L 用于汞标准溶液的配制。内标溶液为 185Re、72Rh、103Ge 及 45Sc，浓度为 200 $\mu\text{g/L}$ ，内标采用在线加标。

表2 标准溶液浓度及分析质量数

元素	质量数 (amu)	标准曲线浓度($\mu\text{g/L}$)					
		STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
As	75	0.00	0.5	2.0	5.0	20.0	50.0
Cd	111	0.00	0.2	0.5	2.0	5.0	20.0
Co	59	0.00	0.6	2.4	6.0	24.0	60.0
Cr	52	0.00	0.6	2.4	6.0	24.0	60.0
Cu	65	0.00	2.0	5.0	25.0	75.0	250
Fe	56	0.00	50.0	200	500	2000	5000
Hg	202	0.00	0.2	0.4	1.0	4.0	--
K	39	0.00	50.0	200	500	2000	5000
Mg	24	0.00	50.0	200	500	2000	5000
Mn	55	0.00	5.0	20.0	50.0	200	500
Mo	95	0.00	0.5	2.0	5.0	20.0	50.0
Pb	208	0.00	0.5	2.0	5.0	20.0	50.0
Sb	123	0.00	0.1	0.2	0.5	2.0	5.0
Zn	65	0.00	5.0	20.0	50.0	200	500

2.2 部分元素标准曲线如下：

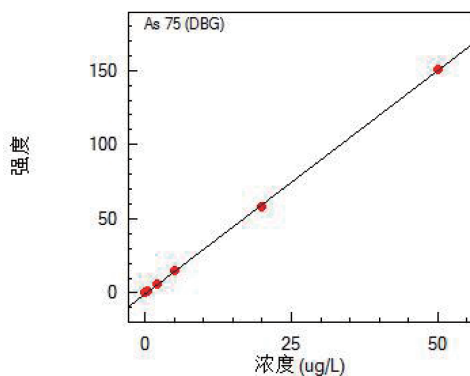


图1 As元素的标准曲线 $r=0.9999$

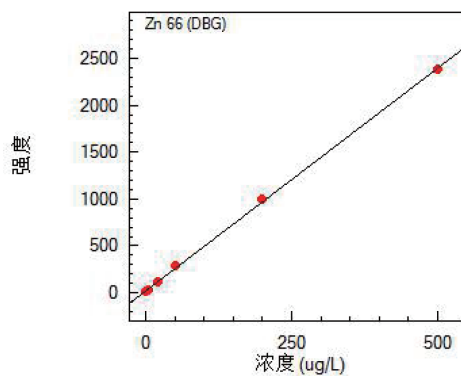


图2 Zn元素的标准曲线 $r=0.9998$

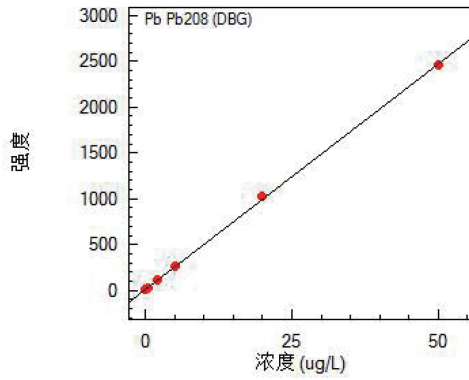


图3 Pb元素的标准曲线 $r=0.9999$

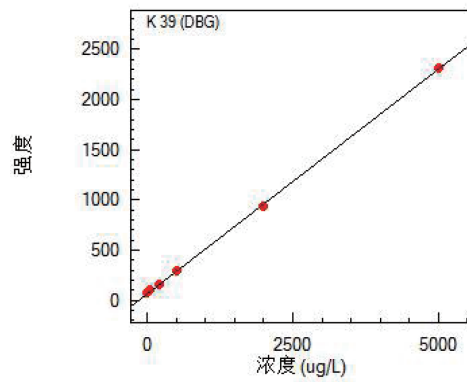


图4 K元素的标准曲线 $r=0.9999$

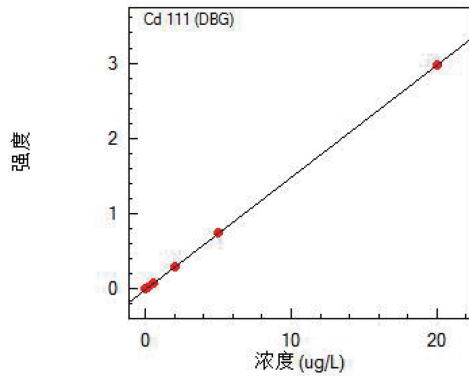


图5 Cd元素的标准曲线 $r=1.0000$

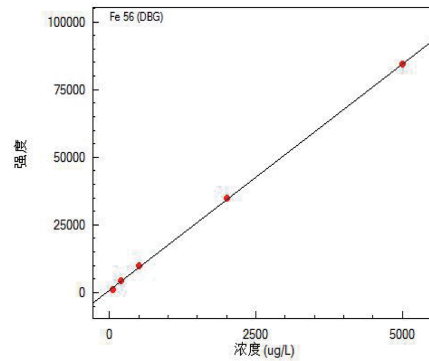


图6 Fe元素的标准曲线 $r=0.9999$

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，可以有效地消除多原子离子干扰、难熔氧化物干扰、双电荷离子干扰。当分析结果异常，需要经验去识别甄别时，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。

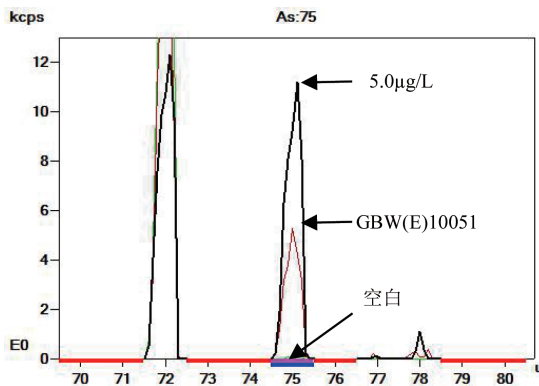


图7 As元素质量轮廓图

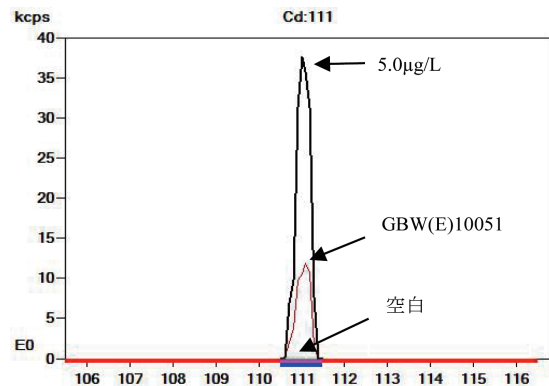


图8 Cd元素质量轮廓图

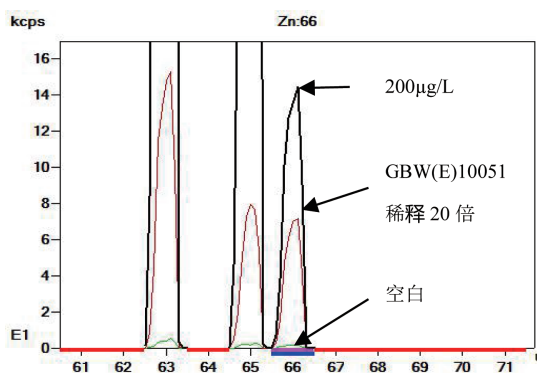


图9 Zn元素质量轮廓图

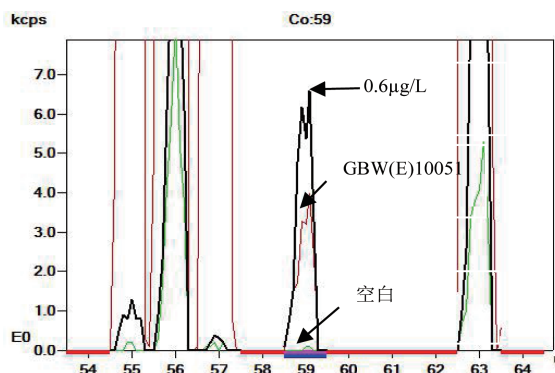


图10 Co元素质量轮廓图

2.4 样品分析及检出限

使用 ICPMS-2030 测定猪肝标准参考物质 (GBW(E)10041) 中的 As、Cd、Cr、Hg、Pb 和 Fe 等 14 种金属元素含量。对样品空白的分析元素进行 11 次测定, 计算各元素的方法检出限, 按照样品质量 0.20 g, 定容体积 25 mL, 计算出各元素的方法检出限, 实验结果见表 3。

表3 GBW(E)10051分析结果

元素	校正内标	检出限 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	标准值 (mg/kg)	测定结果 (mg/kg)	RSD(%) (n=3)
As	^{72}Ge	0.74	1.4 ± 0.3	1.5	1.30
Cd	^{103}Rh	0.15	1.00 ± 0.07	1.06	2.16
Co	^{72}Ge	0.42	0.057 ± 0.004	0.056	0.38
Cr	^{45}Sc	2.30	0.23 ± 0.06	0.18	0.32
Cu	^{72}Ge	20.73	52 ± 3	54	0.31
Fe	^{45}Sc	7.85	519 ± 34	518	1.61
Hg	^{185}Re	0.32	$45\pm 8^{**}$	53^{**}	0.66
K	^{45}Sc	2164.86	$0.66\pm 0.03^*$	0.69^*	2.92
Mg	^{45}Sc	108.92	$0.063\pm 0.004^*$	0.060^*	1.21
Mn	^{45}Sc	1.60	10.1 ± 0.4	10.0	1.34
Mo	^{103}Rh	1.72	4.2 ± 0.2	4.3	2.22
Pb	^{185}Re	2.21	0.12 ± 0.03	0.13	2.35
Sb	^{103}Rh	0.58	$(12)^{**}$	14^{**}	4.50
Zn	^{72}Ge	15.46	211 ± 11	211	1.12

注: “ \pm ”后的数据为不确定度, 括号内的数值为参考值

* K、Mg 标准值及测定结果单位为 10^{-2}

** Hg、Sb 标准值及测定结果单位为 10^{-9}

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猪肝标准参考物质 (GBW(E)10051) 中的 As、Cd、Cr、Hg、Pb 和 Fe 等 14 种金属元素含量, 分析结果与标准值吻合。该方法具有灵敏度高, 检出限低 (0.15~2164.86 $\mu\text{g}/\text{kg}$), 精密度高 (RSD \leq 4.5%), 分析速度快, 操作简单, 可行度高等特点, 线性范围宽, 该方法可适于内脏样品中的微量金属元素测定。岛津 ICPMS-2030 适用于痕量元素的测定, 特别是汞的检测, 通过岛津 ICP-MS 2030 惰性进样系统及合理浓度的汞标准稳定剂 (金溶液) 的使用, 可大大减少汞在测定时的记忆效应。