

# ICP-MS 测定食品接触材料及制品中多元素的含量和迁移量

## ICPMS-188

**摘要：**参考食品安全国家标准《食品接触材料及制品 多元素的测定和多元素迁移量的测定》（征求意见稿），利用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 系列快速测定软木塞中的 As、Cd、Cr、Pb 元素含量和不锈钢保温杯在食品模拟物中浸泡后 Al、As、Ba、Cd、Co、Cr、Cu、Fe、Li、Mn、Mo、Ni、Pb、Sb、Sn 和 Zn 元素的迁移量。实验结果表明，该方法检出限为 0.000002 mg/kg~0.002 mg/kg，回收率在 88.2%~110% 之间。该方法灵敏度高、线性范围宽、抗干扰能力强，适用于食品接触用材料中重金属含量及迁移量的测定。

**关键词：**微波消解 ICP-MS 软木塞 不锈钢 元素总量 迁移量

软木塞素有葡萄酒“守护神”的美誉，是世界上应用普遍、历史悠久的瓶装葡萄酒密封材料。保温杯一般是不锈钢加上真空层做成的盛水容器，真空绝热层能使装在内部的水等液体延缓散热，以达到保温的目的。随着人们生活水平的提高，这些食品接触材料越来越多的出现在日常生活中，而食品接触材料中的铬、镉、砷、铅等元素，经误食或在食品间迁移，直接或间接地进入人体，对人体构成严重的健康危害，长时间接触，会在人体内蓄积，引起人体的免疫功能下降。

我国对食品安全有着严格的监控，GB 4806.1-2016《食品安全国家标准 食品接触材料及制品通用安

全要求》规定了食品接触材料的基本要求，颁布了包括 GB 31604.1-2015 和 GB 5009.156-2016 通则类方法和若干个针对不同测定项目的方法标准。

电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS) 具有灵敏度高、检出限低、线性范围广等特点，本文参考食品安全国家标准《食品接触材料及制品 多元素的测定和多元素迁移量的测定》（征求意见稿）利用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 系列快速测定软木塞中的 As、Cd、Cr、Pb 元素含量和不锈钢保温杯在食品模拟物中浸泡后 Al、As、Ba、Cd、Co、Cr、Cu、Fe、Li、Mn、Mo、Ni、Pb、Sb、Sn 和 Zn 元素的迁移量。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪。

### 1.2 仪器分析条件

ICP-MS 仪器分析条件见表 1。

表 1 ICP-MS 分析条件

参数	参数设定	参数	参数设定
高频功率	1.20 kW	等离子体气流速	9.0 L/min
辅助气流速	1.10 L/min	载气流速	0.70 L/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器	同心雾化器
雾化室	旋流	雾化室温度	5°C
采样深度	5.0 mm	高频频率	27.12 MHz
碰撞气体	He	碰撞气流速	6 mL/min
池电压	-21 V	能量过滤器电压	7.0 V

## ■ 样品前处理

**软木塞：**将样品粉碎，准确称取 0.25 g（准确至 0.0001 g）样品碎屑于微波消解罐中，加入 8 mL HNO<sub>3</sub>，室温放置 1 小时后，置于微波消解仪中消解，升温程序见表 2。消解结束后，冷却，放在 140℃电热板上加热 30 分钟，冷却后转移至 25 mL 容量瓶中，超纯水定容。同时做空白和加标试验。

**不锈钢保温杯：**加入 4% 乙酸（V/V）至瓶口下 1 cm 处，放置于 60℃烘箱中，恒温 24 小时。

表 2 微波消解程序

步骤	控制温度 (°C)	升温时间 (min)	恒温时间 (min)
1	120	5	5
2	150	5	10
3	180	5	30

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准曲线

使用 5% HNO<sub>3</sub> 将多元素溶液稀释为 0、0.20、0.50、1.0、2.0、5.0、10、20、50、100 μg/L 的序列，使用 4% 乙酸溶液（V/V）将多元素溶液稀释为 0、0.20、0.50、1.0、2.0、5.0、10、20、50、100 μg/L 的标准序列，根据元素含量适当调整线性范围。部分标准曲线见图 1~ 图 4。

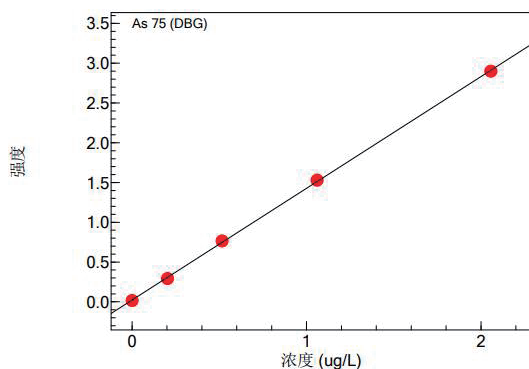


图 1 As 元素标准曲线

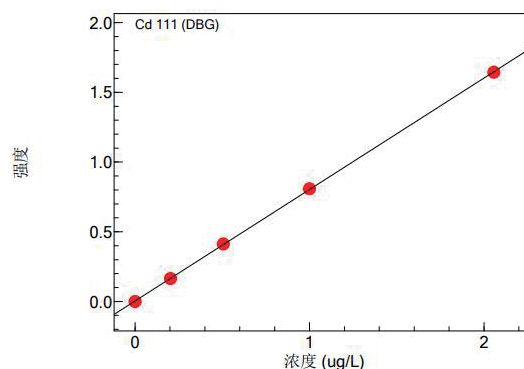


图 2 Cd 元素标准曲线

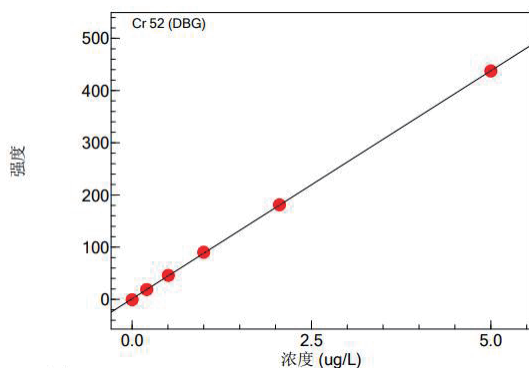


图 3 Cr 元素标准曲线

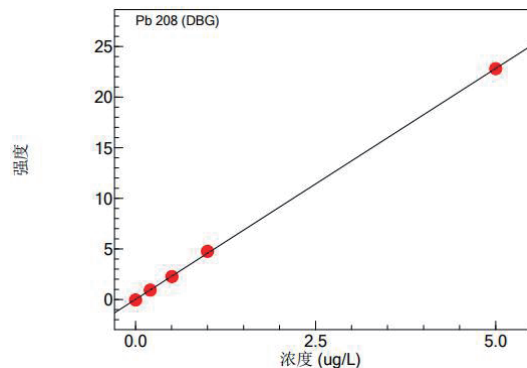


图 4 Pb 元素标准曲线

### 3.2 方法检出限

按照实验对方法空白溶液进行 11 次测定，以测定结果的 3 倍标准偏差计算方法检出限和定量限，结果见表 3 和表 4。该方法各元素的检出限在 0.000002 mg/kg~0.001 mg/kg 之间。

表 3 检出限（5% 硝酸体系）

元素	方法检出限 (mg/kg)	方法定量限 (mg/kg)	标准定量限 (mg/kg)
As	0.0022	0.0072	0.040
Cd	0.0002	0.0007	0.0020
Cr	0.0011	0.0037	0.050
Pb	0.0006	0.0021	0.050

表 4 检出限（4% 乙酸体系）

元素	方法检出限 (mg/L)	方法定量限 (mg/L)	标准定量限 (mg/L)
Al	0.001	0.003	0.02
As	0.0001	0.0004	0.0006
Ba	0.00006	0.0002	0.005
Cd	0.000002	0.00005	0.0003
Co	0.000004	0.00001	0.001
Cr	0.00008	0.00026	0.005
Cu	0.00004	0.0001	0.005
Fe	0.0003	0.001	0.03
Li*	0.00004	0.0001	0.005
Mn	0.00003	0.0001	0.003
Mo	0.00009	0.00003	0.005
Ni	0.0001	0.004	0.005
Pb	0.000009	0.00003	0.001
Sb	0.000007	0.00002	0.005
Sn	0.00002	0.00005	0.005
Zn	0.0002	0.0007	0.02

备注：使用 ICPMS-2030 系列碰撞模式，\* 表示不使用碰撞模式

### 3.2 样品测试结果

样品按照前处理程序处理后，使用内标法，在线加标测定，测定结果见表 5 和表 6，样品加标回收率为 88.2%~110%。

表 5 软木塞中元素测定结果

元素	质量数	内标	测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	RSD% (n=3)	结果 (mg/kg)	加标量 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率 (%)
As	75	$^{45}\text{Sc}$	0.43	1.72	0.042	0.50	107
Cd	111	$^{187}\text{Re}$	0.57	2.29	0.056	0.50	98.2
Cr	52	$^{73}\text{Ge}$	1.5	4.42	0.145	1.0	98.0
Pb	208	$^{187}\text{Re}$	0.96	1.09	0.095	1.0	104

备注: 按照《食品接触材料及制品 多元素的测定和多元素迁移量的测定》(征求意见稿), 待测元素含量  $< 0.100$  mg/kg 时, 计算结果保留两位有效数字; 元素含量  $\geq 0.100$  mg/kg 时, 保留 3 位有效数字。

表 6 不锈钢保温杯中元素迁移量测定结果

元素	质量数	内标	测定值 ( $\mu\text{g/L}$ )	RSD% (n=3)	迁移量 ( $\mu\text{g/L}$ )	加标量 ( $\mu\text{g/L}$ )	回收率 (%)
Al	27	$^{45}\text{Sc}$	11	2.87	11	20	100
As	75	$^{73}\text{Ge}$	1.0	1.75	1.0	1.0	108
Ba	138	$^{187}\text{Re}$	1.3	1.60	1.3	5.0	109
Cd	111	$^{45}\text{Sc}$	0.14	0.64	0.14	1.0	104
Co	59	$^{45}\text{Sc}$	0.080	3.83	0.080	1.0	108
Cr	52	$^{45}\text{Sc}$	1.0	0.80	1.0	1.0	106
Cu	63	$^{45}\text{Sc}$	32	2.78	32	20	90.0
Fe	56	$^{45}\text{Sc}$	10	1.19	10	20	98.5
Li*	7	$^{45}\text{Sc}$	0.65	1.76	0.65	1.0	105
Mn	55	$^{45}\text{Sc}$	0.64	3.71	0.64	1.0	110
Mo	98	$^{73}\text{Ge}$	0.31	2.11	0.31	1.0	97.0
Ni	60	$^{73}\text{Ge}$	4.2	3.03	4.2	5.0	88.2
Pb	208	$^{187}\text{Re}$	4.5	0.65	4.5	5.0	91.2
Sb	121	$^{187}\text{Re}$	0.13	1.81	0.13	1.0	110
Sn	120	$^{187}\text{Re}$	0.27	2.55	0.27	1.0	104
Zn	66	$^{73}\text{Ge}$	33	1.99	33	20	90.0

备注: 1. 有效数字保留规则同表 5。2.\* 表示不使用碰撞模式

## ■ 结论

参考食品安全国家标准《食品接触材料及制品 多元素的测定和多元素迁移量的测定》(征求意见稿), 利用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 系列快速测定软木塞中的 As、Cd、Cr、Pb 元素含量和不锈钢保温杯在食品模拟物中浸泡后多元素的迁移量。实验方法检出限为  $0.000002$  mg/kg~ $0.002$  mg/kg, 回收率在 88.2%~110% 之间。该方法灵敏度高、线性范围宽、抗干扰能力强, 适用于食品接触材料中重金属含量及迁移量的测定。

岛津应用云

