

ICP-MS 有机系统直接测定白酒中多元素的含量

ICPMS-203

摘要：参考食品安全国家标准《GB 5009.268-2016 食品安全国家标准 食品中多元素的测定》，利用电感耦合等离子体质谱仪有机系统直接测定了白酒中 29 种元素的含量。实验结果表明：各元素的相关系数 $r > 0.999$ ，样品加标回收率在 82.5~115% 之间。该方法无需样品前处理，分析速度快，灵敏度高，定量准确，可以准确分析白酒中多元素的含量。

关键词：ICP-MS 白酒 多元素

技术特点：

- ❖ 白酒直接测定，避免前处理过程引起的污染和损失，且节约人工和时间成本。
- ❖ 分析速度快，实现批量白酒中微量和痕量元素的同时分析。

白酒是中国的国酒，是世界六大蒸馏酒之一，具有悠久的历史，精湛的技艺，在国内外享有盛誉，是中华民族宝贵的财富，是中国传统饮食文化的重要组成部分。随着生活水平的提高，人们对白酒品质的关注度也越来越高。白酒中含有的各种微量、痕量金属元素对白酒的影响特别显著，不仅影响白酒的品质，有若白酒中砷、铅、镉等有害金属元素含量过高会直接危害人体健康。为了确保白酒的品质和饮用安全，对白酒中的微量元素和重金属含量进行元素分析尤为

重要。

ICP-MS 技术不但可以检测复杂基体中微量元素的含量，同时因其极高的仪器灵敏度，可同时检测样品中的痕量元素，因此，ICP-MS 技术成为白酒中微量和痕量元素同时分析的理想工具。

本文利用岛津 ICPMS-2030 系列有机系统直接测定了白酒中 Fe、Ca、Mg、S、P 等 29 种元素的含量。该方法简单、快速、准确度高。

■ 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 分析条件

ICP-MS 仪器分析条件见表 1 所示。

表 1 ICP-MS 分析条件

参 数	参数设定	参 数	参数设定
高频功率	1.40 kW	等离子体气流速	20.0 L/min
辅助气流速	0.50 L/min	载气流速	0.55 L/min
混合气	0.15 L/min	炬管类型	有机炬管
雾化器	同心雾化器	雾化室	旋流雾室
雾化室温度	-5°C	采样锥 / 截取锥	铜锥 / 镍锥
采样深度	5.0 mm	泵速	20 rpm
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

1.3 样品前处理

样品直接上机测定。

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线

利用基体匹配法，以乙醇和 2% 硝酸 (V:V=1:1) 溶液配制混合标准溶液，标准溶液浓度如表 2 所示。利用 1% 硝酸配制混合内标元素溶液，内标元素 Be、Sc 和 Ge 的浓度为 1000 $\mu\text{g/L}$ ，In、Y 和 Bi 的浓度为 500 $\mu\text{g/L}$ ，在线加入。标准曲线如图 1 所示。

表 2 标准曲线溶液浓度系列

分析元素	标准溶液浓度 (ng/g)								
	STD0	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7	STD8
As/Cd/Co/Cr/Li/Ni/Pb/Sb/Se/Ti/Tl	0	1.00	5.00	10.0	50.0	-	-	--	--
B/Ba/Cu/Mn/Sn/Sr/Zn	0	1.00	5.00	10.0	50.0	100	-	--	--
Mo/V	0	1.00	5.00	10.0	--	--	--	--	--
Hg	0	0.50	2.50	5.00	--	--	--	--	--
Al*/Ca*/Fe*/K*/Mg*/Na*/P*/S*	0	--	--	--	--	--	1.00	5.00	10.0

备注：* 元素浓度单位为 $\mu\text{g/g}$ 。

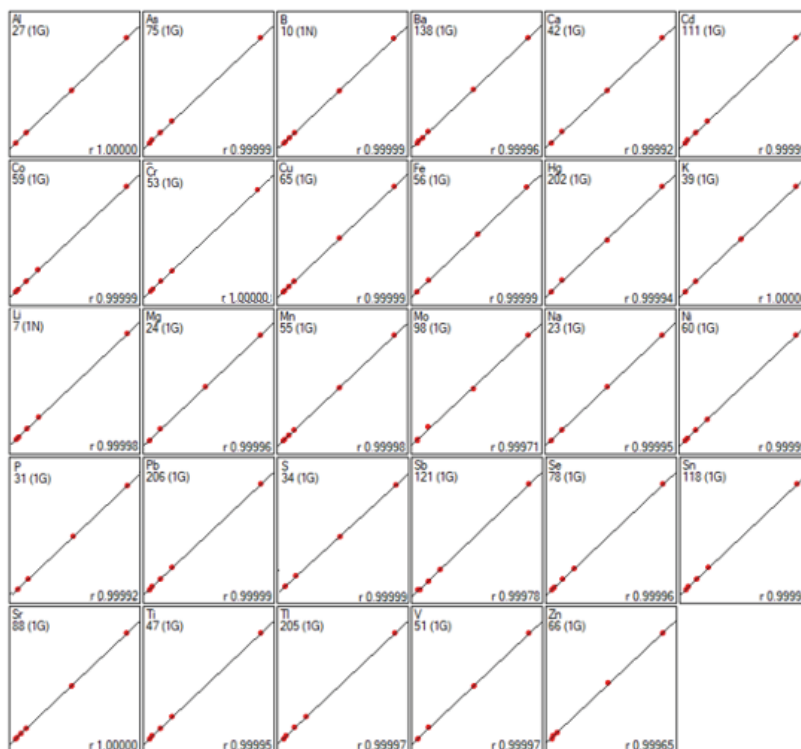


图 1 元素标准曲线

2.2 检出限考察

按照实验方法，对方法空白溶液重复测定 10 次，取强度标准偏差的 3 倍除以曲线斜率求得各元素的检出限，如表 3 所示。

表 3 方法检出限 (ng/g)

分析元素	检出限	分析元素	检出限	分析元素	检出限	分析元素	检出限	分析元素	检出限
²⁷ Al	3	⁵⁹ Co	0.01	⁷ Li*	0.02	³¹ P	6	⁸⁸ Sr	0.04
⁷⁵ As	0.03	⁵³ Cr	0.07	²⁴ Mg	3	²⁰⁶ Pb	0.02	⁴⁷ Ti	0.07
10B*	0.3	⁶⁵ Cu	0.06	⁵⁵ Mn	0.1	³⁴ S	260	²⁰⁵ Tl	0.007
¹³⁸ Ba	0.01	⁵⁶ Fe	0.3	⁹⁸ Mo	0.02	¹²¹ Sb	0.2	⁵¹ V	0.01
⁴² Ca	53	²⁰² Hg	0.02	²³ Na	8	⁷⁸ Se	0.3	⁶⁶ Zn	0.08
¹¹¹ Cd	0.02	³⁹ K	3	⁶⁰ Ni	0.04	¹¹⁸ Sn	0.03	--	--

备注：* 代表无碰撞模式

2.3 样品分析结果及准确度考察

使用 ICPMS-2030 系列测定白酒中的元素含量，并进行样品加标回收率实验，实验结果见表 4 所示，样品加标回收率在 82.5%~115% 范围内。

表 4 白酒分析结果及回收率

分析元素	内标元素	测试值 (ng/g)	RSD (% , n=3)	加标量 1 (ng/g)	回收率 (%)	加标量 2 (ng/g)	回收率 (%)	加标量 3 (ng/g)	加标量 3 (ng/g)
As	⁷⁴ Ge	0.092	11.4	1.00	105	10.0	90.7	50.0	96.5
Cd	¹¹⁵ In	N.D.	--	1.00	99.2	10.0	89.5	50.0	95.7
Co	⁷⁴ Ge	N.D.	--	1.00	95.8	10.0	85.4	50.0	91.1
Cr	⁴⁵ Sc	2.62	0.53	1.00	82.5	10.0	98.1	50.0	93.7
Ni	⁷⁴ Ge	1.60	2.01	1.00	99.5	10.0	102	50.0	99.2
Pb	²⁰⁹ Bi	0.40	1.27	1.00	92.1	10.0	91.2	50.0	96.8
Sb	¹¹⁵ In	0.81	1.11	1.00	114	10.0	94.3	50.0	100
Se	⁷⁴ Ge	N.D.	--	1.00	112	10.0	90.9	50.0	98.6
Tl	²⁰⁹ Bi	N.D.	--	1.00	103	10.0	91.0	50.0	96.0
B	⁹ Be	14.5	1.05	10.0	98.0	50.0	99.6	100	102
Ba	¹¹⁵ In	4.13	0.92	10.0	91.6	50.0	97.3	100	97.2
Cu	⁷⁴ Ge	4.20	0.63	10.0	84.4	50.0	91.5	100	91.9
Li	⁹ Be	4.18	0.73	10.0	94.3	50.0	97.1	100	96.2
Mn	⁷⁴ Ge	8.09	0.81	10.0	88.4	50.0	94.3	100	94.9
Sn	¹¹⁵ In	42.0	1.05	10.0	107	50.0	113	100	115
Sr	⁸⁹ Y	9.71	0.58	10.0	91.7	50.0	98.7	100	99.6
Ti	⁴⁵ Sc	1.90	4.89	10.0	91.1	50.0	93.3	100	95.9
Zn	⁷⁴ Ge	4.90	1.83	10.0	85.4	50.0	95.9	100	94.1
Mo	⁸⁹ Y	N.D.	--	--	--	2.00	91.3	--	--
V	⁴⁵ Sc	0.038	3.17	--	--	2.00	91.1	--	--
Hg	²⁰⁹ Bi	N.D.	--	--	--	2.50	95.2	--	--
Al*	⁴⁵ Sc	6.95	0.20	--	--	5.00	101	--	--
Ca*	⁴⁵ Sc	1.09	1.19	--	--	5.00	96.3	--	--

K*	⁴⁵ Sc	2.36	1.17	--	--	5.00	98.2	--	--
Na*	⁴⁵ Sc	4.05	0.55	--	--	5.00	99.4	--	--
Fe*	⁷⁴ Ge	0.098	0.33	0.10	107	5.00	99.2	--	--
Mg*	⁴⁵ Sc	0.46	0.30	0.10	94.0	5.00	98.1	--	--
P*	⁴⁵ Sc	0.14	3.01	0.10	93.0	10.0	107	--	--
S*	⁴⁵ Sc	0.79	8.27	2.00	102	10.0	106	--	--

注：N.D. 表示未检出；* 元素浓度单位为 $\mu\text{g/g}$ 。

2.4 精密度考察

按照实验方法，对加标量 2 样品平行测定 6 次，求出各元素的方法精密度，如表 5 所示，各元素的 RSD 值小于 3.50%，精密度良好。

表 5 精密度实验 (RSD/%，n=6)

分析元素	RSD (%)	分析元素	RSD (%)	分析元素	RSD (%)	分析元素	RSD (%)	分析元素	RSD (%)
Al	0.28	Co	0.91	Li	2.51	P	0.47	Sr	0.91
As	0.67	Cr	0.23	Mg	0.89	Pb	0.68	Ti	2.14
B	1.62	Cu	1.34	Mn	0.34	S	0.35	Tl	0.86
Ba	0.24	Fe	0.20	Mo	0.59	Sb	0.86	V	3.12
Ca	1.03	Hg	1.62	Na	0.64	Se	1.85	Zn	1.07
Cd	0.02	K	0.88	Ni	0.89	Sn	0.66	--	--

■ 结论

本文利用电感耦合等离子体质谱仪-有机进样系统直接测定白酒中 29 种元素的含量。该方法无需样品前处理，操作简单，灵敏度高，定量准确，可准确分析白酒中多元素的含量。

岛津应用云

