

ICP-MS 有机进样系统直接测定白酒中重金属的含量

ICPMS-166

摘要：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样品中重金属的含量。实验结果表明：各元素的相关系数 $r > 0.9999$ ，低中高浓度样品加标回收率在 95.9-104% 之间。该方法无需样品前处理，操作简单，灵敏度高，定量准确，可以准确分析白酒中重金属的含量。

关键词：白酒 重金属 ICP-MS 有机系统

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。GB 2762-2017《食品安全国家标准

食品中污染物限量》规定了蒸馏酒中铅的限值为 0.5 mg/kg。为了确保白酒的品质和饮用安全，对白酒中的重金属含量进行元素分析尤为重要。

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样品中重金属的含量。该方法无需样品前处理，操作简单，灵敏度高，定量准确，可准确分析白酒中重金属的含量。

■ 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（有机进样系统）。

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 HNO_3 为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品前处理

本实验样品为市购白酒，样品直接上机测定。

1.4 仪器参数

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	1.40 kW	等离子体气	20.0 L/min
辅助气	0.50 L/min	载气	0.55 L/min
混合气	0.15 L/min	炬管类型	有机炬管
雾化室	旋流雾化室	雾化室温度	-5°C
雾化器	同心雾化器	采样锥 / 截取锥	铜锥
采样深度	5.0 mm	高频频率	27.12 MHz
碰撞气	He	碰撞气流速	6 mL/min
池电压	-21 V	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

利用基体匹配法，以乙醇和 2% 硝酸 (V:V=1:1) 溶液配制 As、Cd、Hg 和 Pb 的混合标准溶液和标准空白溶液，各元素标准溶液浓度见表 2。内标溶液 In 和 Bi 的浓度为 200 $\mu\text{g/L}$ ，采用内标组件在线添加。

表 2 标准曲线溶液浓度系列

分析	内标元素	标准溶液浓度 ($\mu\text{g/L}$)					
		STD0	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
^{75}As	^{115}In	0	0.10	0.50	2.50	5.00	10.0
^{111}Cd	^{115}In	0	0.10	0.50	2.50	5.00	10.0
^{202}Hg	^{209}Bi	0	0.10	0.50	2.50	5.00	10.0
^{207}Pb	^{209}Bi	0	0.10	0.50	2.50	5.00	10.0

2.2 标准曲线

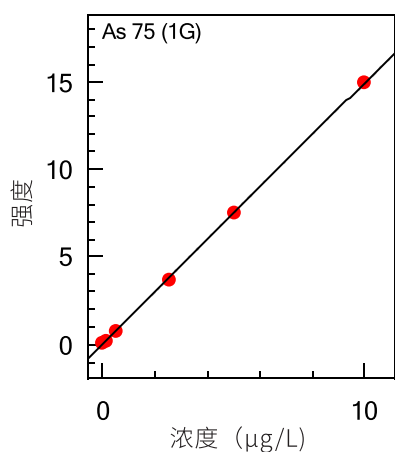


图 1 As 元素标准曲线 $r=0.99999$

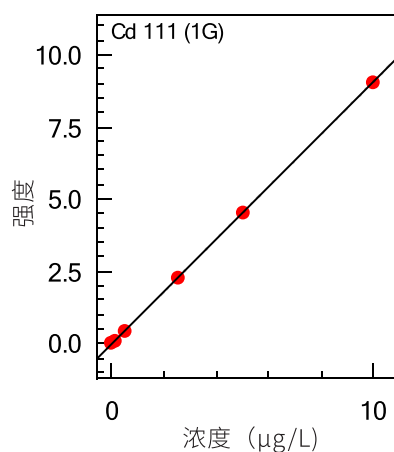


图 2 Cd 元素标准曲线 $r=1.00000$

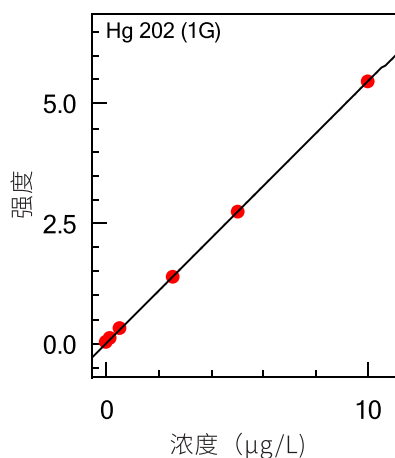


图 3 Hg 元素标准曲线 $r=0.99999$

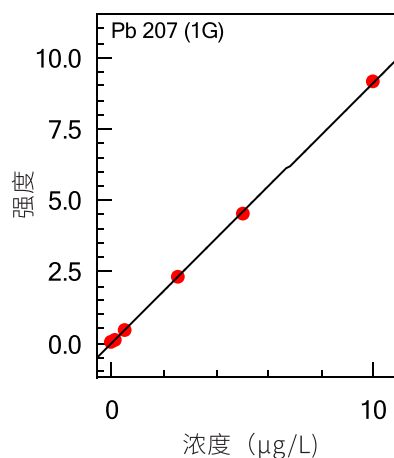


图 4 Pb 元素标准曲线 $r=0.99998$

2.3 方法检出限

按照实验方法，对空白溶液重复测定 10 次，取强度标准偏差的 3 倍除以曲线斜率求得各元素在溶液中的检出限。

表 3 方法检出限 (µg/L)

分析元素	⁷⁵ As	¹¹¹ Cd	²⁰² Hg	²⁰⁷ Pb
检出限	0.002	0.0004	0.003	0.003

2.4 分析结果

按照实验方法, 对市售 3 种白酒样品进行测定, 测定结果见表 4。

表 4 样品分析结果

分析元素	白酒 1#		白酒 2#		白酒 3#	
	测定值 (µg/L)	RSD (% ,n=3)	测定值 (µg/L)	RSD (% ,n=3)	测定值 (µg/L)	RSD (% ,n=3)
⁷⁵ As	5.12	1.49	0.71	0.95	0.15	3.36
¹¹¹ Cd	0.039	0.76	N.D.	--	0.033	10.2
²⁰² Hg	N.D.	--	N.D.	--	N.D.	--
²⁰⁷ Pb	2.03	2.59	0.46	2.54	0.32	0.55

备注: N.D. 代表未检出

2.5 准确度考察

对白酒 1# 样品进行 1.05 倍或 1.025 倍稀释后, 进行低、中、高三个浓度级别加标回收试验。低中高浓度样品加标回收率在 95.9-104% 之间, 详细结果见表 5。

表 5 样品加标回收率

分析元素	测定结果 (µg/L)	稀释倍数	加标量 (µg/L)	测定值 (µg/L)	RSD (% ,n=6)	回收率 (%)
⁷⁵ As	5.12	1.05	0.50	5.34	1.74	95.9
		1.025	2.50	7.46	1.30	98.7
		1.05	5.00	9.84	2.71	99.5
¹¹¹ Cd	0.039	1.05	0.50	0.52	3.69	96.9
		1.025	2.50	2.48	1.65	97.7
		1.05	5.00	4.94	1.82	98.0
²⁰² Hg	N.D.	1.05	0.50	0.52	1.85	104
		1.025	2.50	2.60	0.80	104
		1.05	5.00	5.10	1.88	102
²⁰⁷ Pb	2.03	1.025	2.50	4.44	0.40	98.4
		1.05	5.00	7.02	2.74	102

备注: N.D. 代表未检出。

■ 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样品中重金属的含量。中国白酒中含有较高浓度的乙醇, ICP-MS 传统进样需要蒸发乙醇后测试, 使用 ICP-MS 有机进样系统直接进样, 无需样品前处理, 操作简单, 灵敏度高, 定量准确, 可准确分析白酒中重金属的含量。

岛津应用云

