

ICPMS-2050LF 测定食盐中的砷、镉、汞、铅

ICPMS-240

摘要：参考 GB 5009.42《食品安全国家标准 食用盐指标的测定》（征求意见稿），使用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2050LF 测定了食用竹盐和食盐中砷、镉、汞、铅含量。实验结果表明，各元素标准曲线线性良好（ $r > 0.9999$ ），样品 RSD $< 5.1\%$ ，加标回收率在 83.5%~117% 之间。该方法灵敏度高、分析速度快，适用于食盐中砷、镉、汞、铅四种元素的同时分析。

关键词：ICP-MS 食盐 重金属

技术特点：

- ❖ 仪器具有在线稀释系统，可降低高盐度样品基体效应；
- ❖ 使用含有 Au 的介质配制多元素混标，确保 Hg 元素稳定有效，提升分析效率。

自古都流传一句话，“好厨子一把盐”，从这句话可以看出来盐在人民生活中所在的身份地位。这颗调味品中的明珠，自古以来便被视为餐桌上的必备之物。它不仅赋予了食物以生命般的鲜美，更是人体不可或缺的元素之一。然而，随着工业化的推进，市场上的食盐种类繁多，其品质也参差不齐。正因如此，科学严谨的食用盐质量测试显得尤为重要。

新修订食品安全国家标准《食用盐指标的测定》中增加了电感耦合等离子体质谱仪测定砷、镉、汞、

铅元素含量的方法，本文参考 GB 5009.42 食品安全国家标准《食用盐指标的测定》（征求意见稿），使用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2050LF 测定了食用竹盐和食盐中砷、镉、汞、铅含量。实验结果表明，各元素标准曲线线性良好（ $r > 0.9999$ ），样品 RSD $< 5.0\%$ ，加标回收率在 83.5%~117% 之间。该方法灵敏度高、分析速度快，适用于食盐中砷、镉、汞、铅四种元素的同时分析。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS-2050LF 电感耦合等离子体质谱仪、微波消解仪。

1.2 分析条件

仪器分析条件见表 1。

表 1 仪器分析条件

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	0.35 L/min
稀释气	0.55 L/min	采样锥 / 截取锥	镍
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	8.0 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

1.3 样品前处理

称取 10 g 样品，粉碎至 2 mm 以下以致均匀，用少量硝酸溶液（5+95）溶解后，转移至 100 mL 的容量瓶中，用硝酸溶液（5+95）定容至刻度，摇匀。准确移取 3 mL 试样于微波消解罐中，加入 7 mL 硝酸，用少量水冲洗内盖，按照下表升温程序进行消解，将消解罐放在超声水浴中，超声脱气 3 min，转移，用少量水冲洗消解罐后合并洗涤液，用水定容至 25 mL。同时做试剂空白及加标实验。

内标元素为 Ge、In 和 Bi，浓度为 0.50 $\mu\text{g/mL}$ ，采用内标组件在线添加。

表 2 升温程序

温度 ($^{\circ}\text{C}$)	升温时间 (min)	保持时间 (min)
0-120	5	5
120-150	5	5
150-190	5	20

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线和检出限

砷、镉、铅使用 5% 硝酸溶液配制标准溶液。

汞标准稳定剂：用 5% 硝酸配制成浓度 2 mg/L 的金元素标准溶液。

汞使用汞标准稳定剂配制成标准溶液，标准溶液浓度见表 3，标准曲线见图 1。

表 3 标准曲线浓度

元素	浓度 ($\mu\text{g/L}$)					
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
^{75}As	0.00	1.00	5.00	10.0	30.0	50.0
^{111}Cd	0.00	1.00	5.00	10.0	30.0	50.0
^{202}Hg	0.00	0.10	0.50	1.00	1.50	2.00
^{208}Pb	0.00	1.00	5.00	10.0	30.0	50.0

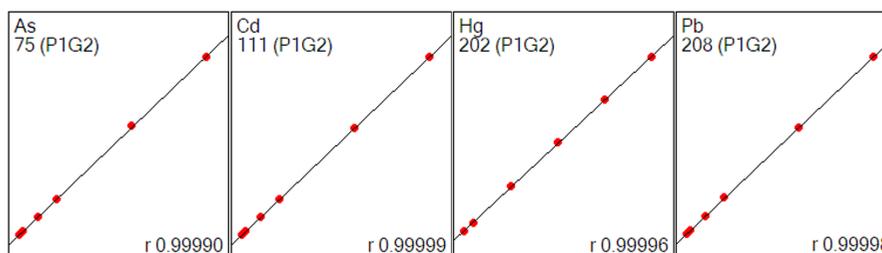


图 1 标准曲线图

按照样品称样量 10.0 g，定容体积 100 mL，分取 3 mL，消解定容至 25 mL，使用样品空白溶液测定 11 次，分别以样品空白浓度的 3 倍和 10 倍标准偏差 (SD) 计算得到该方法的检出限和定量限，结果见表 4。

表 4 方法检出限及定量限

元素	内标元素	国标中方法 检出限 (mg/kg)	国标中方法 定量限 (mg/kg)	方法检出限 (mg/kg)	方法定量限 (mg/kg)
⁷⁵ As	⁷² Ge	0.004	0.010	0.003	0.01
¹¹¹ Cd	¹¹⁵ In	0.004	0.010	0.0006	0.002
²⁰² Hg	²⁰⁹ Bi	0.002	0.006	0.002	0.006
²⁰⁸ Pb	²⁰⁹ Bi	0.04	0.10	0.0004	0.001

2.2 样品分析结果及加标回收率

使用 ICPMS-2050LF 测定食盐和竹盐中重金属元素的含量，并进行加标回收实验。实验结果见表 5 和表 6。

表 5 食用竹盐测试结果

元素	称样量 (g)	测定浓度 ($\mu\text{g/L}$)	RSD (%, n=7)	样品含量 (mg/kg)	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	测定浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 (%)
⁷⁵ As	10.0128	N.D.	N.D.	N.D.	2.00	1.77	88.5
¹¹¹ Cd		N.D.	N.D.	N.D.	2.00	1.86	93.0
²⁰² Hg		0.058	2.98	0.0048	0.20	0.246	94.0
²⁰⁸ Pb		0.18	4.20	0.015	2.00	2.50	116

表 6 食盐测试结果

元素	称样量 (g)	测定浓度 ($\mu\text{g/L}$)	RSD (%, n=7)	样品含量 (mg/kg)	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	测定浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 (%)
⁷⁵ As	10.0669	N.D.	N.D.	N.D.	10.0	9.23	92.3
¹¹¹ Cd		N.D.	N.D.	N.D.	10.0	8.90	89.0
²⁰² Hg		0.054	5.06	0.0045	1.00	1.07	102
²⁰⁸ Pb		0.41	1.46	0.034	10.0	12.1	117

■ 结论

本文参考 GB 5009.42《食品安全国家标准 食用盐指标的测定》（征求意见稿），使用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2050LF 测定了食用竹盐和食盐中砷、镉、汞、铅含量。实验结果表明，该方法标准曲线线性良好、检出限低、稳定性好、分析速度快，适用于各类食品用盐类铅、镉、砷、汞四种元素的同时分析。

岛津应用云

