

ICP-MS 测定食品级润滑油中锑、砷、镉、铅、汞、硒元素

ICPMS-085

摘要：参考《SNT 4759-2017 进口食品级润滑油(脂)中锑、砷、镉、铅、汞、硒元素的测定方法电感耦合等离子体质谱法》，加入硝酸和过氧化氢进行微波消解，使用电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）测定了食品级润滑油(脂)中锑、砷、镉、铅、汞、硒元素。分析结果表明，方法检出限 0.23~3.71 μg/kg，准确度好，加标回收率 90.3%~113%，可满足食品级润滑油的有害元素的检测要求。

关键词：ICP-MS 食品级润滑油 润滑脂 元素

食品级润滑油（脂）是食品加工机械中使用的、可能与食品接触的油品，主要由基础油（精制白油）、添加剂调配而成，主要作用是减少设备磨损，延长设备使用寿命，并降低维护频率。由于食品级润滑油主要用于食品工业中，所以对其要求非常严格，不仅要满足机械的润滑，还不能污染产品，影响食品安全。

我国已颁布针对食品级白油、食品机械润滑脂、食品机械专用白油、石蜡等产品的国家标准，包括 GB 1886.215-2016《食品安全国家标准 食品添加剂 白油(又名液体石蜡)》、GB 15179-1994《食品机械润滑脂》、GB/T 12494-1990《食品机械专用白油》、GB 1886.26-2016《食品安全国家标准 食品添加剂 石蜡》、GB/T 23820-2009《机械安全 偶然与产品接触的润滑剂 卫生要求》等。上述标准中除 GB 1886.215-2016 规定了砷

(≤ 1 mg/kg)、铅 (≤ 1 mg/kg) 及以铅计重金属 (≤ 10 mg/kg) 含量限值外，其余未规定有毒有害重金属的含量检测要求。在美国，食品级润滑油厂商需要向美国国家卫生基金会（National Sanitation Foundation, NSF）提交润滑油产品配方和标签，只有通过 NSF 审核，该款润滑油才能获得产品认证、获许使用在食品或饮料加工设备上。NSF 规定 H1、H2、H3 类别的食品级润滑油不能含有锑、砷、镉、铅、汞、硒六种有毒有害微量元素。

食品级润滑油中重金属元素含量低，电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）具有灵敏度高、线性范围广等特点，本文使用微波消解 - 岛津 ICPMS-2030 测试食品级润滑油中多元素。

实验部分

1.1 仪器

微波消解仪，岛津 ICPMS-2030 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

1.3 样品前处理

准确称取 0.2 g 样品于微波消解罐中，加入 8 mL HNO₃ 和 2 mL H₂O₂，60°C 电热板加热 30 min 后微波消解，升温程序见表 2。消解结束冷却后用少量水冲洗内盖，然后转移至 50 mL 离心管中，加入 1000 mg/L 金溶液 50 μL、定容至 25 g，混匀备用，同时做空白和加标试验。

表2 微波消解升温程序

步骤	升温时间(min)	控制温度 (°C)	恒温时间(min)
1	10	160	5
2	5	195	30

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线和检出限

用 2% HNO₃ 将多元溶液稀释为 0、0.2、0.5、1.0、2.0 μg/L 的标准序列；Hg 标准序列为 0、0.10、0.25、0.50、1.00 μg/L（加入 1000 mg/L 金溶液 20 μL）。标准曲线见图 1。连续测量空白溶液计算仪器检出限 (IDL) 和方法检出限 (MDL)。IDL 和 MDL 结果见表 3，锑、砷、镉、铅、汞和硒元素方法检出限为 0.23~3.71 μg/kg。

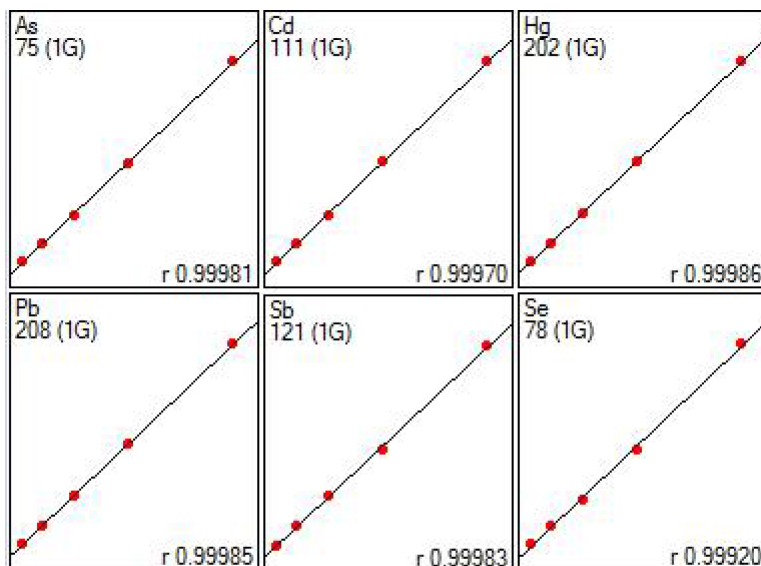


图1 标准曲线

表3 仪器检出限和方法检出限

元素	质量数	内标	IDL(μg/L)	MDL(μg/kg)
As	75	⁷² Ge	0.014	1.70
Cd	111	¹¹⁵ In	0.002	0.23
Hg	202	²⁰⁹ Bi	0.004	0.46
Pb	208	²⁰⁹ Bi	0.003	0.37
Sb	121	¹¹⁵ In	0.016	2.04
Se	78	⁷² Ge	0.030	3.71

2.2 样品测试与加标回收

取三份市售进口食品级润滑油，按照前处理程序处理后 ICP-MS 测定，测定结果见表 4，样品加标回收率为 90.3%~113%。

表4 食品级润滑油中多元素测定结果 (µg/L)

编号	元素	质量数	内标	测定值	加标量	加标测定值	回收率 (%)
1	As	75	⁷² Ge	N.D.	1.0	0.944	94.4
2	Cd	111	¹¹⁵ In	N.D.	1.0	0.928	92.8
3	Hg	202	²⁰⁹ Bi	N.D.	0.2	0.195	97.5
4	Pb	208	²⁰⁹ Bi	N.D.	1.0	1.13	113
5	Sb	121	¹¹⁵ In	N.D.	1.0	0.917	91.7
6	Se	78	⁷² Ge	N.D.	1.0	0.903	90.3

备注：N.D.为未检出。

结论

参考《SN/T 4759-2017 进口食品级润滑油(脂)中锑、砷、镉、铅、汞、硒元素的测定方法 电感耦合等离子体质谱法》，使用岛津 ICPMS-2030 型电感耦合等离子体质谱仪测定了食品级润滑油中多元素含量。分析结果表明，该方法检出限 0.23~3.71 µg/kg，准确度好，加标回收率 90.3%~113%，可满足食品级润滑油的有害元素的检测要求。