

1.4 仪器参数

等离子体参数:

高频功率: 1.2 kW

辅助气流速: 1.1 L/min

炬管类型: Mini

雾化室: 旋流

采样深度: 5.0 mm

等离子体气流速: 8.0 L/min

载气流速: 0.7 L/min

雾化器类型: 同心

雾室温度: 5°C

高频频率: 27.12 MHz

碰撞池参数:

碰撞气种类: He

池电压: -21 V

碰撞气流速: 6.0 mL/min

能量过滤器电压: 7.0 V

结果讨论

2.1 标准曲线溶液配制

使用4%乙酸配制As、Cd、Cr、Ni、Pb、Sb和Zn的标准溶液。配制浓度如表2所示。取适量内标单元素储备液或内标多元素储备液，用硝酸溶液(5+95)配制成合适浓度的多元素内标使用液。

表2 7种金属元素标准溶液浓度及分析质量数

元素	质量数 (amu)	标准曲线浓度(μg/L)					
		STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
As	75	0.00	0.50	1.00	10.0	50.0	100
Cd	114	0.00	0.20	1.00	2.00	5.00	10.0
Cr	52	0.00	1.00	5.00	10.0	50.0	100
Ni	60	0.00	0.50	1.00	10.0	50.0	100
Pb	207	0.00	0.50	1.00	10.0	50.0	100
Sb	123	0.00	0.10	1.00	10.0	50.0	100
Zn	64	0.00	0.50	1.00	10.0	50.0	100

注: 各元素均采用氦气碰撞模式

2.2 部分元素标准曲线如下:

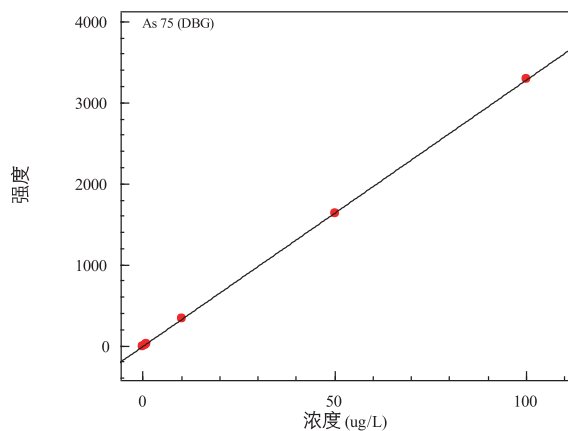


图1 As元素的标准曲线 $r=1.0000$

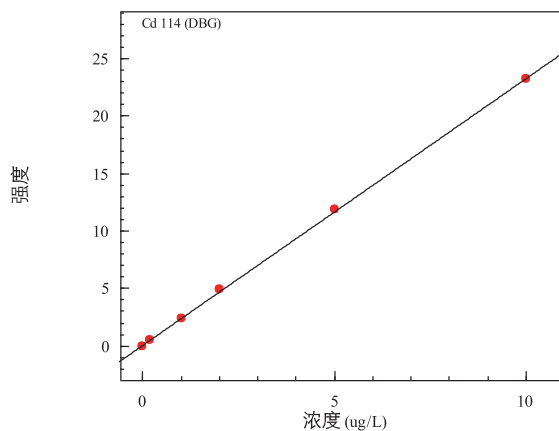


图2 Cd元素的标准曲线 $r=0.9999$

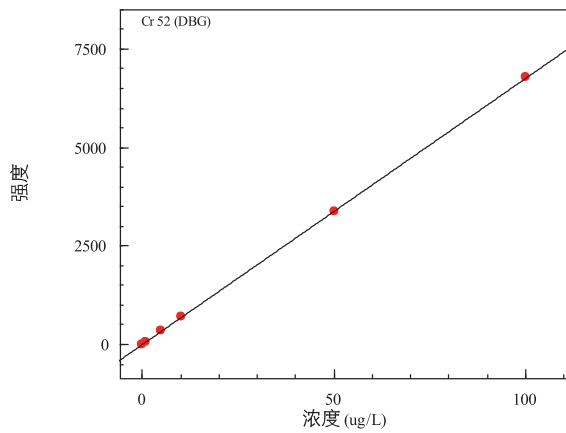


图3 Cr元素的标准曲线 $r=0.9999$

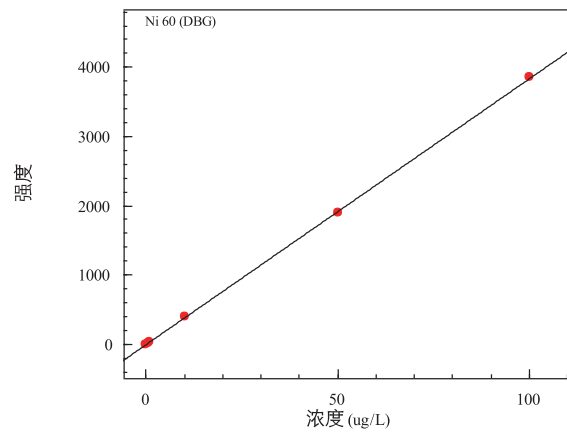


图4 Ni元素的标准曲线 $r=1.0000$

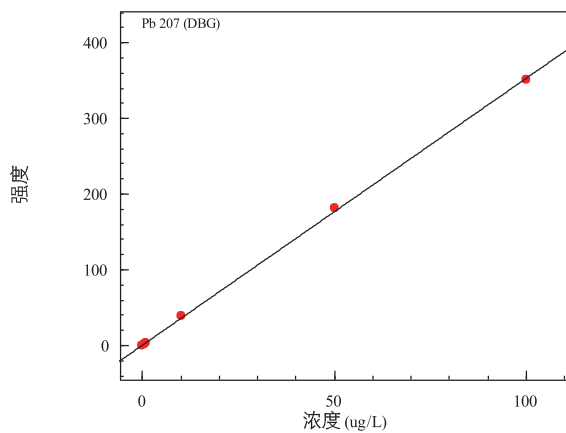


图5 Pb元素的标准曲线 $r=0.9999$

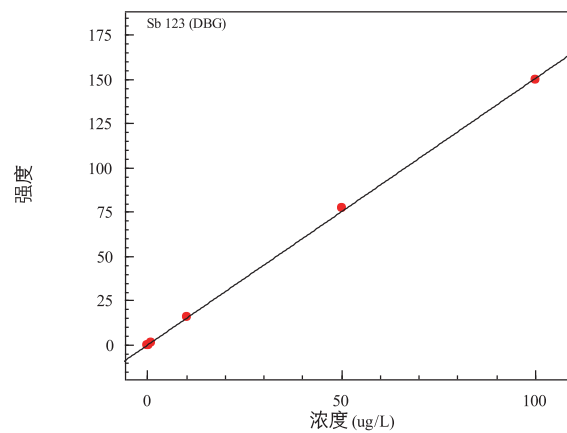


图6 Sb元素的标准曲线 $r=0.9999$

2.3 部分元素质量轮廓图

质谱分析存在着同量异位素干扰、多原子离子干扰、难熔氧化物干扰、双电荷离子干扰和基体干扰等多种类型的干扰因素。ICPMS-2030 的八极杆碰撞池通过引入氦气碰撞，可以有效地消除干扰。当分析结果异常，需要经验去识别甄选时，岛津 LabSolutions ICPMS 软件具有独特的“诊断助手”功能，可根据各元素的质量灵敏度、等效背景浓度、干扰情况等因素综合判断，对结果做出“Best”，“Good”和“NG”的判断，并给出相应的诊断依据，可大大提高分析效率并保证分析结果的准确性。

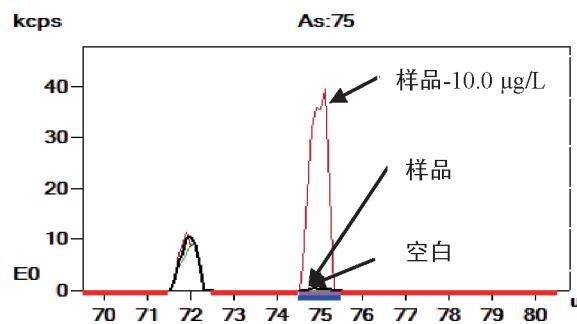


图7 As元素质量轮廓图

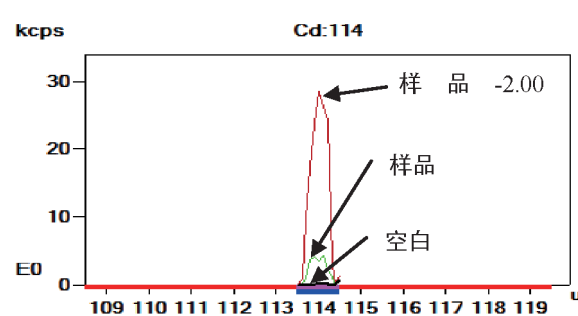


图8 Cd元素质量轮廓图

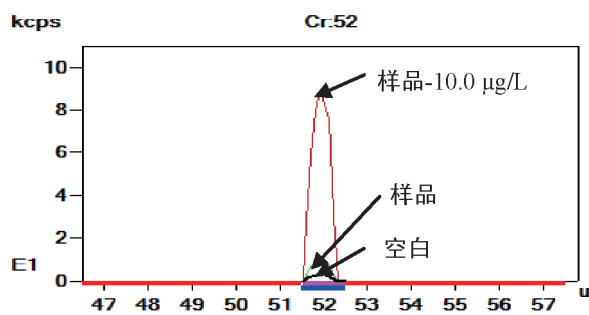


图9 Cr元素质量轮廓图

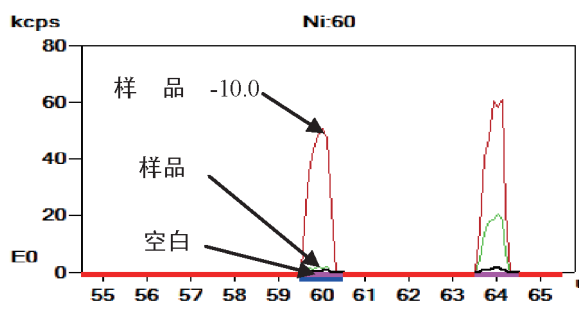


图10 Ni元素质量轮廓图

2.4 样品分析及检出限

使用 ICPMS-2030 测定了陶瓷包装材料中的 7 种可迁移元素的含量。同时对样品空白进行 11 次测定，计算各元素的方法检出限。同时进行试验，计算回收率，实验结果见表 3。

表3 陶瓷包装材料可迁移元素分析结果

元素	校正内标	方法检出限 ($\mu\text{g/L}$)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	RSD(%) (n=3)	加标浓度 ($\mu\text{g/L}$)	加标后测定结果	回收率 (%)
As	^{72}Ge	0.00224	ND	/	10.0	9.88	98.8
Cd	^{103}Rh	0.000848	0.385	2.18	2.0	2.40	101.8
Cr	^{45}Sc	0.0198	0.667	0.67	10.0	10.6	99.3
Ni	^{45}Sc	0.01367	0.465	2.89	10.0	10.5	100.4
Pb	^{185}Re	0.00980	1.72	0.97	10.0	12.2	104.8
Sb	^{103}Rh	0.00229	ND	/	10.0	10.3	103.0
Zn	^{72}Ge	0.0210	5.05	2.53	10.0	14.9	98.5

注：1、ND：未检出

结论

参考 GB 31604.49-2016《食品安全国家标准食品接触材料及制品砷、镉、铬、铅的测定和砷、镉、铬、镍、铅、锑、锌迁移量的测定》，使用 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪测定了包装材料中 7 种可迁移元素含量。该方法具有分析速度快，灵敏度高，检出限低，精密度良好， $\text{RSD} < 3\%$ ，通过加标回收率对所建立方法进行验证，回收率为 98.5%~104.8%，可满足测定食品包装材料有害金属元素迁移量的测定。