

采用微波消解与 ICP-MS 法同时测定酱油中 Pb 和 Cd

赵朝辉, 易建春, 雷 勇

(中国地质科学院矿产综合利用研究所, 四川 成都 610041)

摘要:应用微波消解处理样品, 采用 In 和 Re 元素作为内标, 电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)同时测定样品中 Pb、Cd。方法的检出限为 Pb 0.002mg/L, Cd 0.001mg/L, 精密度高于 3%, 回收率 97%~103%。整个方法检出限低、简单、快速和准确。

关键词:ICP-MS; 微波消解; 酱油; Pb; Cd

中图分类号:O657.3 **文献标识码:**A **文章编号:**1000-6532(2011)02-0047-02

酱油是人们经常使用的一种调味品, 和人们的健康息息相关。现代科学技术的发展使我们对铅、镉等的化合物对人类健康的危害有了更深刻的认识, 因此, 有害重金属元素的分析在食品质量控制领域中有非常重要的作用。在酱油的卫生标准中, Pb 的测定一般采用石墨炉原子吸收法, 而 Cd 的测定未作要求。因为酱油含有大量有机物质和约 15% 到 25% 的氯化钠, 所以用石墨炉原子吸收时干扰比较大, 并且速度慢, 只能一个元素一个元素的单独测定。而电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法由于检出灵敏、快速、准确, 在各种微量元素分析中越来越受到重视。

本文采用微波消解去除样品中的有机物, 用耐高盐接口(Xi 接口)降低非质谱干扰, 采用 In 和 Re 元素作为内标, 用 ICP-MS 直接测定酱油中 Pb 和 Cd, 方法简便、准确。

1 实验部分

1.1 仪器及工作条件

仪器: X series II 型 ICP-MS (美国热电公司); MARS 型微波消解仪 (美国 CEM 公司)。

ICP-MS 工作条件: RF 功率 1300W; 冷却气 13.0L/min; 雾化气流量 0.90L/min; 辅助气流量 0.85L/min; 雾室温度 3℃; 模拟电压 2150V; 总电压 3500V; 采样深度 130mm; 采用耐高盐 Xi 锥口。

微波消解条件: 硝酸为消解体系, 微波发射功率

800W; 控制温度 120℃ 消解 5min; 控制温度 150℃ 消解 5min; 控制温度 180℃ 消解 15min。

1.2 试剂及标准溶液

硝酸(优级纯): 蒸馏水;

单元素标准溶液(1000mg/L): Pb 和 Cd 国家标准物质研究中心购置。

内标元素(1000mg/L): In 和 Re 国家标准物质研究中心购置。测试用内标元素浓度为: In 和 Re (25ug/L)。

1.3 标准系列的配制

吸取一定的混合储备液, 用逐步稀释法配制 Pb 和 Cd 浓度为 1.00、2.00、5.00、10.00ug/L 的标准系列(10% HNO₃)。并配制 In 和 Re 浓度为 25ug/L 的内标溶液。

1.4 样品处理

吸取 1.00mL 样品, 加入 5mL 高纯 HNO₃, 然后按照设定好的条件用微波消解仪消解。冷却后, 将消解后的溶液转移并定容至 50mL 待测。

1.5 测定

用 ICP-MS 按照设定好的条件用内标校正基体干扰和漂移, 依次测定标准系列和样品溶液, 测定结果减去空白后即在实际样品的分析结果。

2 结果与讨论

2.1 干扰及其消除

在分析酱油样品时, 非质谱干扰主要来源于样

收稿日期: 2010-12-28

作者简介: 赵朝辉(1980-), 男, 工程师, 主要从事化学分析测试工作。

品中的 NaCl 和有机物。影响行为表现有:(1)雾化效率的改变;(2)有机物的燃烧导致等离子体温度的变化,进而影响电离效率;(3)NaCl 在锥口上沉积产生锥口效应;(4)样品基体形成的空间电荷效应。

为消除非质谱干扰,本文在实验中同时使用以下 3 种方式:(1)采用了耐高盐 Xi 锥口,其口径较大,耐盐性高,易保持信号平衡。在样品分析前先吸喷一段时间的盐水溶液,使锥口形成薄薄一层盐层,使盐分的挥发和堆积达到平衡。(2)采用微波消解去除样品中的有机物。(3)采用内标法校正漂移,根据质量数接近的原则,Cd 采用 115In 为内标,Pb 用 186Re 为内标。

2.2 线性议程、相关系数和检出限

据国际理论和化学联合会(IUPAC)的规定,以空白测定不少于 10 次所得的浓度标准偏差,乘 3 倍便得各元素的检出限。方法检出限则在仪器的检出限上再乘以稀释系数。

各元素标准曲线的线性议程、相关系数、灵敏度和方法的检出限见表 1。

表 1 ICP-MS 测定时的线性议程、灵敏度、相关系数和检出限

元素	线性方程	相关系数/R	仪器检出限/ $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	方法检出限/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$
111Cd	$Y = 1623.78x + 194.82$	0.9999	0.015	0.001
208Pb	$Y = 8435.06x + 1145.93$	0.9997	0.037	0.002

2.3 测试结果的精密度和准确度

以上述校准方法测试分别吸取实际 3 个样品每个各 2 份,一份不加标另一份加标,按 1.4 进行处理,测定后计算回收率。精密度则测定实际样品及

其加标样品 10 次,计算相对标准偏差,结果见表 2。

表 2 测定结果、精密度及回收率

样品	元素	测定值/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	RSD/%	加标量/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	检测量/ $\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$	回收率/%
样品 1	Cd	0.27	2.5	5	5.15	97.7
	Pb	0.89	1.9	5	5.97	101.4
样品 2	Cd	0.35	1.7	5	5.28	98.7
	Pb	0.67	2.4	5	5.80	102.3
样品 3	Cd	0.25	2.7	5	5.16	98.3
	Pb	0.81	2.9	5	5.78	99.5

从表 2 可以看出,精密度均优于 3%,加标回收率在 97% ~ 103% 之间,分析方法的准确度可以满足分析要求。

3 结 论

本文采用微波消解方法,去除了样品中的有机物,采用耐高盐接口和内标法降低干扰,采用 ICP-MS 测定了酱油中的铅、镉含量。方法的检出限为 Pb 0.002mg/L, Cd 0.001mg/L,精密度优于 3%,回收率 97% ~ 103%。方法快速准确、灵敏度高、检出限低。可避免重金属元素传统测定方法操作繁杂,不能同时测定等缺点。

参考文献:

- [1] 苏耀东,边永强,顾树春,倪亚明. 酱油中痕量镉的共沉淀分离富集原子吸收测定[J]. 分析化学,1992,20(6): 698-700.
- [2] 刘临,廖宜湘,付美兰,金文兴. 酱油中 8 种无机元素含量的测定及其品质的比[J]. 安徽农业科学,2007,35(29):9123-9124.
- [3] GB/T5009.12-2003. 食品中铅的测定[S].

Simultaneous Determination of Pb and Cd in Sauce by Microwave Digestion and ICP-MS

ZHAO Chao-hui, YI Jian-chun, LEI Yong

(Institute of Multipurpose Utilization of Mineral Resources, CAGS, Chengdu, Sichuan, China)

Abstract: Pb and Cd in sauce were determined simultaneously by ICP-MS, using microwave digestion for sample handling, In and Re as internal standard. The detection limit of Pb and Cd were 0.002mg/L and 0.001mg/L respectively, the degree of precision was more than 3% and the recovery was 97% ~ 103%. Therefore, this method is simple, rapid and accurate with low detection limit.

Key words: ICP-MS; Microwave digestion; Sauce; Pb; Cd