

# 微波消解-ICP-MS法测定食品、水产品及动物组织中33种金属元素

曾海英<sup>1</sup>, 王家磊<sup>1</sup>, 沈萍萍<sup>1</sup>, 赵玉梅<sup>1</sup>, 李钰金<sup>2</sup>, 刘远平<sup>3</sup>, 毕志明<sup>4</sup>, 刘志敏<sup>1\*</sup>

(1. 威海时进食品检测服务有限公司, 荣成 264309; 2. 泰祥集团—山东省冷冻调理食品加工技术企业重点实验室, 荣成 264309; 3. 泰祥集团—荣成泰祥食品股份有限公司, 荣成 264309; 4. 荣成市食品工业促进局, 荣成 264309)

**摘要:** **目的** 建立微波消解-ICP-MS测定食品中33种元素的检测方法, 内标法定量。**方法** 试样经硝酸-过氧化氢进行微波消解, 赶酸、定容后利用ICP-MS进行分析测定。本方法选用7种元素作为内标, 对分析信号的本底和基体效应具有很好的补偿作用。同时引入碰撞反应气 He, 可有效去除多原子离子的干扰。**结果** 该方法对各元素的检出限为0.005~0.5 μg/L, 相对标准偏差RSD值在0.58%~4.96%之间, 加标回收率在81.6%~109%之间, 对有证生物成分标准物质扇贝粉样品的分析结果与所给的标准值相吻合。**结论** 该方法简便快捷, 灵敏度高, 重现性好, 是分析食品样品中的多元素的可靠、高效的方法。

**关键词:** 微波消解; 电感耦合等离子质谱法; 重金属; 食品安全

## Determination of 33 kinds of metallic elements in food aquatic products and animal tissues by microwave digestion and ICP-MS method

ZENG Hai-Ying<sup>1</sup>, WANG Jia-Lei<sup>1</sup>, SHEN Ping-Ping<sup>1</sup>, ZHAO Yu-Mei<sup>1</sup>, LI Yu-Jin<sup>2</sup>,  
LIU Yuan-Ping<sup>3</sup>, BI Zhi-Ming<sup>4</sup>, LIU Zhi-Min<sup>1\*</sup>

(1. Weihai Shijin Food Inspection Service Co., Ltd., Rongcheng 264309, China; 2. Shandong Provincial Key Laboratory of Processing Technology of Frozen Prepared Food (Taixiang Group), Rongcheng 264309, China; 3. Rongcheng Tai Xiang Food Co., Ltd. (Taixiang group), Rongcheng 264309, China; 4. Rongcheng Food Industry Promotion Agency, Rongcheng 264309, China)

**ABSTRACT: Objective** To establish a method for determination of 33 kinds of elements in food by microwave digestion-ICP-MS and internal standard method. **Methods** The samples firstly was digested, acid-driven and volume controlled by nitric acid-hydrogen peroxide via microwave, and then be tested by the method of ICP-MS. Seven elements were selected as internal standard, which had a good compensation for the analysis of the signal background and the matrix effect. Furthermore, Helium was used as collision-reaction gas, which could effectively get rid of the disturbance of multi-atomic ion. **Results** The detection limit for each element was 0.005~0.5 g/L, the relative standard deviation (RSD) was 0.58%~4.96%, and the addition standard recovery was 81.6%~109%. The analysis result of the scallop powder elements was in accordance with the given standard. **Conclusion** The method is of convenience, high sensitivity and good reproducibility and it is

基金项目: “十二五”国家科技支撑项目(2012BAD28B05)

**Fund:** Supported by the Twelve Five “National Science and Technology Support Project” (2012BAD28B05)

\*通讯作者: 刘志敏, 实验室主任, 工程师, 主要研究方向为食品检测。E-mail: xndlzm@163.com

\*Corresponding author: LIU Zhi-Min, Engineer, Weihai Shijin Food Inspection Service Co., Ltd., the 7th of Eshishan Road, Shidao Managing Zone, Rongcheng City, Rongcheng 264309, China. E-mail: xndlzm@163.com

a reliable and efficient method for the analysis of multi-elements in food samples.

**KEY WORDS:** microwave digestion; inductively coupled plasma mass spectrometry; heavy metals; food safety

## 1 引言

近年来随着工业技术的发展,越来越多的农药化肥用于农业耕作中,导致一些有害金属元素如铅、镉、铜、汞等进入食品中。这些金属元素随食物进入人体内,会转变成具有高毒性的化合物。而且多数金属具有蓄积性,半衰期较长,能产生急性和慢性毒性反应,还有可能致畸、致癌和致突变。自我国加入WTO后,食品安全受到了政府和人民更广泛的关注,而食品中有害金属元素的检测问题也变得日趋重要。重金属污染,指由重金属或其化合物造成的环境污染,主要由采矿、废气排放、污水灌溉和使用重金属制品等人为因素所致<sup>[1-5]</sup>。重金属具有不易移动溶解特性,进入生物体后不能被排出,而造成慢性中毒<sup>[6-8]</sup>。重金属还具有富集性,很难在环境中降解,如随废水排出的重金属,即使浓度小,也可在藻类和底泥中积累,被鱼和贝类体表吸附,产生食物链浓缩,从而造成公害<sup>[7-10]</sup>。重金属离子对活的有机体有严重的毒理效应,所以重金属离子污染给人类带来了严重威胁。一方面通过直接饮用造成重金属中毒而损害人体健康;另一方面,间接污染农产品和水产品,通过食物链对人体健康造成威胁<sup>[11-13]</sup>。重金属能抑制人体化学反应酶的活动,使细胞质中毒,从而伤害神经组织,导致直接组织中毒,损害人体解毒功能的关键器官——肝、肾等组织<sup>[14-17]</sup>。目前对于重金属检测主要采用原子荧光法、ICP法、原子吸收法,但多元素一起分析难度比较大,灵敏度不够高,费时费力<sup>[18-20]</sup>。本文建立了微波消解电感耦合等离子体质谱法,能够对多种元素进行同时检测,并且具有操作简单、检测周期短、灵敏度高、精密度好、准确性高等优势。本方法对农副产品中多种元素的快速检测提供了方法依据,更有助于食品安全预警。

## 2 材料与方法

### 2.1 材料与试剂

南美白虾(采集于海南养殖基地);扇贝标物(国家标准物中心)。

65%硝酸(色谱纯,德国默克);30%过氧化氢(分

析纯,天津科密欧);Li、Sc、Ge、Y、In、Tb、Bi内标溶液(100 mg/L, Agilent公司.U.S.A);砷、铅、镉等27种元素混合标准储备液(10 mg/L, Agilent公司.U.S.A);汞元素标准储备液(10 mg/L, Agilent公司.U.S.A);B、Ti、Mo、Sn、Sb(1000 mg/L, 国家标准物质中心);液氩或高纯氩气(纯度 $\geq 99.999\%$ );高纯氮气(纯度 $\geq 99.999\%$ );仪器调谐液(1.0 ng/mL<sup>7</sup>Li, <sup>89</sup>Y, <sup>140</sup>Ce and <sup>205</sup>Tl, Agilent公司 U.S.A)。

### 2.2 仪器与设备

电子分析天平(AR1140, 美国梅特勒);微波消解仪(MARS Xpress, CEM公司);密封消解罐(聚四氟乙烯材料特制, CEM);研磨仪(GM-200, 德国莱驰);恒温干燥箱(DGL-2001A, 龙口先科);超声波清洗器(KQ-500DE, 昆山市超声仪器有限公司);电感耦合等离子体质谱分析仪(Agilent7700X, 美国Agilent公司)。

### 2.3 实验方法

#### 2.3.1 样品的前处理方法

##### (1) 试样制备与保存

将原始样品用高速组织捣碎机捣碎,混匀,保存于样品袋中。从原始样品中取出部分有代表性样品,用四分法缩分出不少于500 g试样,均匀分成两份,装入清洁容器内,加封后作出标记,一份作试样,一份作留样。在采样和制样过程中应注意试样不受到污染。所有玻璃器皿及消解罐均需要以(1+4)硝酸浸泡24 h,用水反复冲洗,最后用去离子水冲洗干净。

##### (2) 试样消解

根据试样状态,液体试样称取0.5~0.7 g(精确至0.0001 g),固体试样称取0.4~0.5 g(精确至0.0001 g),干粉试样称取0.2~0.3 g(精确至0.0001 g)。将试样置于聚乙烯消解罐中,用移液管准确量取5 mL硝酸,加到消解罐中,注意移液管不得与消解罐接触。旋紧消解罐上盖,浸泡1 h,加入1 mL过氧化氢,将消解罐插入保护套中,插入转盘,接通微波消解仪电源,在控制面板上设定消解程序和参数,参见下表1,消解约2 h。消解完毕,将消解罐置于通风橱中,待温度降至室温,将消解罐从保护套中取出缓慢旋开上盖,注意此时有

酸雾冒出, 用超纯水定容至 50 mL, 摇匀, 待测。

取与消解试样相同量的硝酸和过氧化氢, 按同一试样消解方法做试剂空白试验。

### 2.3.2 仪器条件

仪器条件如表 2 所示。

### 2.3.3 样品测定

#### (1) 标准系列制备

将 33 种标准品配制成混合标准溶液浓度为 0.5 mg/L, 其中汞的浓度为 0.1 mg/L。由中间液稀释成标准混合工作系列, 此混合标准工作溶液中各元素浓度见表 3。

#### (2) 测定

调整仪器至最佳工作状态, 采用 ICP-MS 分析方法中内标校正定量分析方法测定。待仪器稳定后, 按

顺序依次对标准溶液、空白溶液和试样溶液进行测定。按照上述分析条件绘制目标化合物标准曲线。样品溶液中目标化合物响应值均应在仪器测定线性范围内。要求采集 3 次数据, 取平均值, 相对误差小于 10%, 以元素标准溶液含量与对应离子强度, 绘制标准曲线或计算直线回归方程, 样品离子强度与曲线比较定量。

### 2.3.4 方法检出限

将仪器的各项参数调试到最佳状态, 对空白进行 11 次测定, 求出标准偏差  $\sigma$ , 然后分别测定铅、镉、汞、砷等标准系列混合溶液 0.0、1.0、5.0、10、20、30  $\mu\text{g}/\text{L}$  的响应值, 读取软件画面中显示的相关系数  $R$  是否符合  $\geq 0.995$  的要求, 并读取工作曲线斜率  $K$ , 按下式计算检出限。

表 1 微波消解参考条件  
Table 1 Reference conditions of microwave digestion

阶段	功率		坡道	温度/ $^{\circ}\text{C}$	控制
	最大	%			
1	1600	100	07:00	120	/
2	1600	100	05:00	150	05:00
3	1600	100	10:00	180~190	15:00

表 2 ICP-MS 仪器条件  
Table 2 ICP-MS instrument conditions

主机	Agilent 7700X ICP-MS		
雾化器	Babbington 雾化器	雾化室	石英双通道, Piltier 半导体控温于 $2\pm 0.1^{\circ}\text{C}$
炬管	石英一体化, 2.5 mm 中心通道	采样锥材料	Ni
功率	1550 W	采样深度	7.5 mm
载气流速	1.05 L/min	在线内标	Li6、Sc、Ge、Y、In、Tb、Bi=1.0 mg/L 多元素混合内标
仪器调谐液	1.0 ng/mL 的 $^7\text{Li}$ 、 $^{89}\text{Y}$ 、 $^{140}\text{Ce}$ 和 $^{205}\text{Tl}$	调谐参数	灵敏度: $^{89}\text{Y}>4000$ , $^{140}\text{Ce}>1000$ , $^{205}\text{Tl}>1000$
氧化物	CeO/Ce<1.5%	双电荷	$\text{Ce}^{2+}/\text{Ce}<3.0\%$

注: 其中 Ge(72)作为质量数 23-82 各元素内标; Bi(209)作为质量数 202-238 各元素内标。调谐完成后, 保存并打印调谐报告。

表 3 混合标准溶液中各元素浓度  
Table 3 Each element of mixed standard solution concentration

元素	系列 1	系列 2	系列 3	系列 4	系列 5	系列 6
汞( $\mu\text{g}/\text{L}$ )	0.0	0.2	1.0	2.0	4.0	6.0
混合标准溶液( $\mu\text{g}/\text{L}$ )	0.0	1.0	5.0	10	20	30

注: 可根据样品中杂质的实际含量确定标准系列中各元素的具体浓度

$$\text{检出限 } D \cdot L = \frac{3\sigma}{K} (\text{ng})$$

式中:  $K$ —工作曲线斜率;

$\sigma$ —空白溶液 11 次测量的标准偏差值;

各元素的检出限: 汞 0.005  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、砷 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、铅 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、镉 0.005  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、锡 0.1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、硒 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、锌 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、铝 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、锑 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、铁 0.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、铬 0.1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、锰 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、铜 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、钛 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、镍 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、钠 0.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、镁 0.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、钙 0.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、锂 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、铍 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、钒 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、镓 0.1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、钴 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、铀 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、钼 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、锶 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、银 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、铯 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、钨 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、钡 0.1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、铊 0.05  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、钾 0.1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

### 3 结果与讨论

#### 3.1 微波消解条件的确定

微波密闭消解的方法加热快、升温高、消解能力强,大大缩短了溶样时间。消耗溶剂少,空白位低。避免了挥发损失和样品沾污,提高了分析准确度和精密度,回收率实验获得令人满意的结果。同时,降低了劳动强度,改善了工作环境。节省电量消耗,降低分析成本。低温条件下长时间加热,有机物仍难以消解完全,溶液呈黄色浑浊液;采用高温高压消解反应过于激烈,容易发生酸气泄漏,造成样品损失。本方法设置了程序升温的方式对样品进行消解。经过对消解温度和保持时间的优化比对实验,最终采用表 1 条件进行处理,样品消解完全,溶液无色澄清透明。

微波消解方法与国标中规定的湿法消解两种方法做了比对,相同的加标浓度,微波消解的回收率要好于湿法消解,见表 4。

按照表 1 消解程序比较,加入 5 mL 硝酸, 5 mL 硝酸和 1 mL 过氧化氢, 5 mL 硝酸、1 mL 过氧化氢和 1 mL 氢氟酸,三种情况下的消解效果,如表 5 所示,

结果表明只加入 5 mL 硝酸时蔬菜类、水果类样品消解澄清透明,干粉类水产品后两种都能满足要求。

由表 5 可知加入 5 mL 硝酸+1 mL 过氧化氢进行消解就能满足实验要求。加入氢氟酸消解后也能达到要求,但后续还需要赶掉氢氟酸,防止腐蚀炬管和雾化器等,操作麻烦,故加入 5 mL 硝酸+1 mL 过氧化氢消解是最佳方案。

#### 3.2 方法的确认

3.2.1 添加回收率、方法精密度、标准曲线线性回归方程和相关系数

为确认测定结果的有效性,对样品中待测元素进行加标回收试验,用南美白虾样品进行测定,同时进行加标回收试验,每个元素做三个梯度的加标回收,每个梯度做 6 个平行,对方法的精密度进行统计。从表 6 可以看出,样品加标回收率在 81.6%~109%之间,RSD 值在 0.58%~4.96%之间, $R$  均大于 0.996,结果令人满意。

表 4 微波消解法与国家标准中湿法消解的比较  
Table 4 Comparison of microwave digestion and wet digestion

元素名称	微波消解回收率(%)	湿法消解回收率(%)
铅	92.2	82.5
镉	96.5	85.3
汞	93.0	80.7
砷	96.3	86.9
铬	97.5	84.2
镍	96.5	112
硒	90.6	84.5
铜	88.6	81.5
锌	94.2	90.6

表 5 不同消解溶液消解效果的比较  
Table 5 The comparison of different digestion solution dissolve

5 mL 硝酸	5 mL 硝酸+1 mL 过氧化氢	5 mL 硝酸+1 mL 过氧化氢+1 mL 氢氟酸
蔬菜、水果等消解液澄清透明	蔬菜、水果等消解液澄清透明	蔬菜、水果等消解液澄清透明
鱼、虾、肉等消解液微黄色	鱼、虾等消解液澄清透明	鱼、虾等消解液澄清透明
扇贝粉、干海带、干裙带菜黄色浑浊	扇贝粉、干海带、干裙带菜澄清透明	扇贝粉、干海带、干裙带菜澄清透明

表 6 添加回收率、相对偏差及线性关系  
Table 6 Spiked recoveries, relative standard deviations and linear relationships

名称	加标浓度( $\mu\text{g/L}$ )	平均回收率(%)	RSD(%)	线性回归方程	线性 R
Li	1	103	2.67	$Y=0.0051X+0.0117$	1.0000
	2	108	1.55		
	10	98.7	4.75		
Be	1	104	4.58	$Y=0.0024X+0.00336$	1.0000
	2	107	3.04		
	10	101	4.02		
V	1	84.9	3.98	$Y=0.0024X+0.00336$	0.9966
	2	100	4.30		
	10	83.4	3.35		
Cr	1	106	3.60	$Y=0.0022X+0.00063$	1.0000
	2	96.0	4.49		
	10	106	3.23		
Mn	2	102	4.08	$Y=0.0305X+0.0064$	0.9988
	4	99.6	4.77		
	10	93.0	4.83		
Co	1	104	2.09	$Y=0.0257X+2.3429E-004$	0.9976
	2	85.6	2.09		
	10	92.8	2.78		
Ni	2	96.3	4.51	$Y=0.0046X+5.2470E-004$	0.9998
	4	97.4	4.72		
	10	105	3.17		
Cu	2	88.3	3.95	$Y=0.0758X+0.0220$	0.9982
	4	96.8	1.57		
	10	107	3.17		
Zn	2	94.4	1.46	$Y=0.0202X+0.0439$	0.9990
	5	97.8	4.28		
	20	98.2	4.96		
Ga	1	89.6	4.87	$Y=0.1205X+0.0052$	0.9962
	2	90.4	4.42		
	10	108	2.05		
As	1	96.4	1.75	$Y=0.0187X+4.0919E-004$	1.0000
	2	92.8	4.08		
	10	108	1.98		
Se	1	90.4	4.31	$Y=0.0016X+3.4121E-004$	0.9999
	5	93.2	3.49		
	10	95.6	3.01		

续表 6

名称	加标浓度( $\mu\text{g/L}$ )	平均回收率(%)	RSD(%)	线性回归方程	线性 $R$
Rb	1	95.8	3.48	$Y=0.1423X+0.0049$	0.9974
	2	96.6	3.22		
	10	104	3.28		
Sr	2	98.5	4.91	$Y=0.0253X+0.0059$	0.9975
	5	91.8	3.48		
	10	106	2.21		
U	1	105	3.59	$Y=0.0218X+0.00005419$	0.9993
	2	84.9	1.71		
	10	86.6	3.91		
Ag	1	105	2.04	$Y=0.0086X+0.0003111$	0.9991
	2	85.0	2.56		
	10	107	0.941		
Cd	1	93.6	3.77	$Y=0.0021X+0.0002142$	1.0000
	2	96.5	2.55		
	10	107	1.77		
Cs	1	106	3.20	$Y=0.0024X+0.0008151$	0.9964
	2	82.9	1.48		
	10	101	3.54		
Ba	2	92.9	4.26	$Y=0.0023X+0.0019$	0.9993
	10	105	2.33		
	15	91.8	4.81		
Hg	0.1	105	2.58	$Y=8.5437E-004X+0.0006597$	0.9960
	2	83.4	2.58		
	2.5	104	2.20		
Tl	1	104	2.15	$Y=0.0190X+0.000663$	0.9998
	2	81.6	1.84		
	10	109	2.17		
Pb	1	90.8	2.80	$Y=0.0239X+0.0040$	0.9997
	2	89.2	1.94		
	20	90.5	2.78		
Na	5000	96.5	4.58	$Y=10.0868X+4.5971$	0.9997
	10000	99.3	4.57		
	20000	97.4	2.24		
Mg	5000	104	0.979	$Y=5.0954X+0.0716$	0.9998
	10000	96.1	1.86		
	20000	92.7	0.580		

续表 6

名称	加标浓度( $\mu\text{g/L}$ )	平均回收率(%)	RSD(%)	线性回归方程	线性 $R$
K	5000	94.2	1.30	$Y=5.7240X+0.3606$	0.9999
	10000	104	0.979		
	20000	102	1.04		
Ca	5000	108	0.598	$Y=0.0192X+0.0439$	0.9999
	10000	97.4	2.24		
	20000	93.4	0.654		
Fe	100	102	4.02	$Y=71.1799X+0.5414$	0.9998
	5000	85.0	2.10		
	10000	84.0	1.19		

表 7 标准物质测定值与标准值对比表

Table 7 Comparison of standard material measured value and standard value

元素	测定值( $\mu\text{g/kg}$ )	标准值( $\mu\text{g/kg}$ )	元素	测定值( $\mu\text{g/kg}$ )	标准值( $\mu\text{g/kg}$ )
砷	3.82	3.6 $\pm$ 0.6	锰	18.8	19.2 $\pm$ 1.2
硼	11.8	12 $\pm$ 1	钼	0.061	0.066 $\pm$ 0.016
钡	0.61	0.62 $\pm$ 0.06	钠	4637	4600 $\pm$ 400
钙	739	750 $\pm$ 90	镍	0.24	0.29 $\pm$ 0.08
镉	1.12	1.06 $\pm$ 0.06	铅	0.11	0.12
钴	0.042	0.047 $\pm$ 0.006	铷	4.9	5.1 $\pm$ 0.3
铬	0.29	0.28 $\pm$ 0.07	铈	0.013	0.014
铜	1.29	1.34 $\pm$ 0.18	硒	1.46	1.5 $\pm$ 0.3
铁	41	41 $\pm$ 0.5	锡	0.12	0.13
汞	47	40 $\pm$ 7	钛	5.8	6
钾	11230	11500 $\pm$ 600	铊	2.8	2.5 $\pm$ 0.4
镁	1795	1740 $\pm$ 60	铀	7.1	7.3 $\pm$ 1.3
钒	0.35	0.36 $\pm$ 0.1	锌	73	75 $\pm$ 3

### 3.2.2 ICP-MS 仪器条件的选择及干扰的消除

通过对灵敏度、氧化物、双电荷、质量轴、分辨率等相关参数的调谐,使仪器处于最佳状态,使该方法得到更加满意的结果。本实验通过对仪器动态反应池引入 He, 来避免基体对结果的干扰。同量异位素干扰,仪器处于最佳状态下能够自动校正。丰度较大的同位素对相邻元素的干扰,可以调整质谱的分辨率减少这种干扰。多原子离子(分子)的干扰,在整个检测过程中不能引入盐酸,氯化物离子对检测干扰严重,多原子离子(分子)的干扰,很大程度上受仪器操作条件的影响,通过调整消除了这种干扰。检测样

品与标准溶液的粘度、表面张力和溶解性总固体的差异所引起的干扰;基体抑制的干扰等用内标法可以校正消除干扰。本方法选用 Li、Sc、Ge、Y、In、Tb、Bi 作为内标元素,试验表明它们对测试过程中仪器条件变化产生的影响能够有效补偿。

### 3.3 方法的精确度

在优化实验条件下,对有证生物成分标准物质扇贝粉进行测定,对方法的准确性进行分析验证,结果见表 7。从表 7 可以看出元素的测定值和标准值相吻合。

## 4 结 论

本文建立了微波消解样品前处理、ICP-MS法测定食品、水产品及动物组织中Hg、As、Pb、Cd、Sn、Se、Zn、Al、Sb、Fe、Cr、Mn、Cu、Ti、Ni、Na、Mg、Ca、Li、Be、V、Mn、Co、U、Rb、Sr、Ag、Cs、Mo、B、Ba、Tl、K33种元素的分析方法,对微波消解条件、ICP-MS仪器参数、及多原子离子对测定的影响和消除进行了探讨和总结。

结果表明:(1)加入5 mL硝酸+1 mL过氧化氢进行消解可以快速有效地对样品完成前处理;(2)利用内标法可以对基体进行有效补偿,引入碰撞气He,可大大降低基体效应及多原子离子干扰对测定的影响。根据建立分析方法,测定了有证的生物成分标准物质扇贝粉样品,结果令人满意。

### 参考文献

- [1] 王春霖,张平,齐剑英,等.微波消解—ICP-MS测定水稻中的微量重金属元素[C].第四届全国环境化学学术大会论文集,2007,100-101.  
Wang CL,Zhang P,Qi JY, *et al.* Microwave digestion—ICP-MS determination of trace heavy metal elements in rice [C]. Proceedings of the fourth national conference on environmental chemistry academic, 2007, 100-101.
- [2] 袁静.微波消解—ICP-MS测定土壤和底泥中12种重金属元素[J].中国环境监测,2012,28(5):96-98.  
Yuan J. Determination of 12 Metals in Soil and Sediment by Microwave Digestion and ICP-MS [J]. Environ Mon China, 2012, 28(5): 96-98.
- [3] 宋娟娥,于水.电感耦合等离子体质谱法在临床样品分析中的应用[J].质谱学报,2006,27(3):184.  
Song JE, Yu S. Application of inductively coupled plasma mass spectrometry in clinical samples analysis [J]. J Chin Mass Spect Soc, 2006, 27(3): 184.
- [4] 陈国友,杜英秋,李宛,等.应用ICP-MS、AFS、GF-AAS测定食品中As、Cd、Hg、Pb方法的对比研究[J].分析化学,2009,(04):33-38.  
Chen GY, Du YQ, Li W, *et al.* Method comparison to determination of As, Cd, Hg, Pb in food by ICP-MS, AFS, GF-AAS [J]. J Chin Mass Spect Soc, 2009, (04): 33-38.
- [5] 庞艳华,肖珊珊,孙兴权,等.应用ICP-MS和GFAAS测定藻类食品中铅、镉的方法研究及比较[J].光谱实验室,2011,01:238-242.  
Pang YH, Xiao SS, Sun XQ, *et al.* Comparison between ICP-MS and GFAAS for determination of lead and cadmium in alga food [J]. Chin J Spect Lab, 2011, 01: 238-242.
- [6] 吕伟明,张洁,龚伟达. ICP-MS测定地表水中多个元素的分析方法研究[J].环境科学与管理,2009,04(34):135-139.  
Lu WM, Zhang J, Gong WD. Method for analysis of several elements in surface water by ICP-MS [J]. Environ Sci Manag, 2009, 04(34): 135-139.
- [7] 许秀兰.微波消解ICP-MS法测定香菇中重金属含量[J].中国食用菌,2012,06:34-35.  
Xu XL. Determination of heavy metal elements in lentinus edodes by microwave digestion and inductively coupled mass spectrometry [J]. Edible Fungi China, 2012, 06: 34-35.
- [8] 杨瑞春,翟志雷,郝大情.电感耦合等离子体质谱法测定根茎类蔬菜中16种稀土元素[J].中国卫生检验杂志,2010,11:97-98.  
Yang RC, Zhai ZL, Hao DQ. Determination for 16 rare-earth elements in root-vegetable by ICP-MS [J]. Chin J Health Lab Technol, 2010, 11: 97-98.
- [9] 张清海,廖朝选,林绍霞,等.微波消解ICP-MS同时测定茶叶中的35种元素[J].贵州科学,2012,06:42-46.  
Zhang QH, Liao CX, Lin SX, *et al.* Determination of 35 elements in tea by ICP-MS after microwave digestion [J]. Guizhou Sci, 2012, 06: 42-46.
- [10] 黄晓纯,刘昌弘,张军,等. ICP-MS测定蔬菜样品中重金属元素的两种微波消解前处理方法[J].岩矿测试,2013,6:415-419.  
Huang XC, Liu CH, Zhang J, *et al.* Two microwave digestion pretreatment methods for determination of heavy metal in vegetable samples [J]. Rock Min Anal, 2013, 6: 415-419.
- [11] Elzbieta (Ela) Bakbwska.应用ICP-MS技术和EPA200.8标准方法分析饮用水和污水样品[J].环境化学,2001,06:90-93.  
Elzbieta (Ela) Bakbwska. Application of icp-ms technology and EPA200.8 standard method analysis of drinking water and wastewater samples [J]. J Environ Chem, 2001, 06: 90-93.
- [12] EPA Method 200.8 Determination of trace elements in waters and wastes by inductively coupled plasma-mass spectrometry[S].
- [13] 许涛,郝冬梅,张翼明.微波消解ICP-MS法测定食品中铜、铅、砷、锡量[C].第十届全国稀土元素分析化学学术报告会,2003:51-54.  
Xu T, Hao DM, Zhang YM. Microwave digestion icp-ms method for determination of copper, lead, arsenic, tin in food [C]. Volume of the 10th national rare earth elements in analytical chemistry academic report, 2003: 51-54.
- [14] 吴先志,唐耀军,贺光忠.微波消解测定食品中Pb、As等金

- 属元素的方法探讨[J]. 宁夏医学杂志, 2001, 02, 23(2): 103-104.
- Wu XZ, Tang YJ, He GZ. Microwave digestion was developed for the determination of metallic elements such as Pb, As in food method [J]. J Ningxia Med J, 2001, 2, 23(2): 103-104.
- [15] 方亚敏, 路刚, 熊丽蓓, 等. 微波消解测定食品中铅、镉、砷、汞的方法探讨[J]. 环境与职业医学, 2007, (2): 212-214.
- Fang YM, Lu G, Xiong LB, *et al.* The microwave digestion of lead, cadmium, arsenic and mercury in the food of the method [J]. J Environ Occup Med, 2007, (2): 212-214.
- [16] 孙玉岭, 陈明生, 王玉萍. 微波溶样 ICP-MS 测定海产品中十六种元素[J]. 光谱学与光谱分析, 1999, 19(4): 601-603.
- Sun YL, Chen MS, Wang YP, *et al.* Microwave acid-digestion ICP-MS method for the determination of sixteen elements in marine products [J]. Spect Spect Anal, 1999, 19(4): 601-603.
- [17] 刘奋, 戴京晶, 林奕芝, 等. ICP-MS 测定食品中多种金属元素[J]. 现代预防医学, 2002, 29(1): 43-45.
- Liu F, Dai JJ, Lin YZ, *et al.* ICP-MS determination of metal elements in food [J]. Mod Prev Med, 2002, 29(1): 43-45.
- [18] 梁淑轩, 王欣, 吴虹, 等. 微波消解/ICP-MS 测定水系沉积物中的 9 种重金属元素[J]. 光谱学与光谱分析, 2012, 32(3): 809-812.
- Liang SY, Wang X, Wu H, *et al.* Determination of 9 heavy metal elements in sediment by ICP-MS using microwave digestion for sample preparation [J]. Spect Spect Anal, 2012, 32(3): 809-812.
- [19] 陈国友. 微波消解 ICP-MS 法同时测定蔬菜中 14 种元素[J]. 分析测试学报, 2007, 26(5): 742-745.
- Chen GY. Simultaneous determination of 14 elements in vegetables by ICP-MS with microwave digestion [J]. J Instrum Anal, 2007, 26(5): 742-745.
- [20] 王小如. 电感耦合等离子体质谱应用实例[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005.
- Wang XR. Inductively coupled plasma mass spectrometry application examples [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2005.

(责任编辑: 杨翠娜)

### 作者简介



曾海英, 本科, 中级职称, 主要研究方向为元素检测。

E-mail: 37702021@qq.com



刘志敏, 硕士研究生, 中级职称, 主要研究方向为食品检测。

E-mail: xndlzm@163.com