IC-ICP-MS 测定奶粉中六价铬

赛默飞世尔科技应用与产品部

检测项目	奶粉中六价铬			
仪器	iCAP Qc ICS600			
试剂及标准品	乙二胺四乙酸二钠 (EDTA(2Na)) (分析纯，上海试剂四厂)；氨水 (Optimal Grade, Fisher Scientific)；硝酸 (Optimal Grade, Fisher Scientific)；Cr(III)、Cr(VI) 1000mg/L(国家计量标准物质中心)			
样品前处理方法	取约 0.1000 g 固体奶粉样品，置于 50ml 离心管中，加入流动相 25 mL，缓冲液 5 mL，放置于 50 度水浴摇床中，水浴加热 1.5 小时。期间分次加入 2~3mL 1% 氨水溶液，使溶液 pH 值保持中性至弱碱性。待冷却后，用超纯水定容。取溶液在 8000 r/min 离心 10 min，取上清液过 0.45 μm 滤膜，滤液进 IC-ICP-MS 分析。			
ICPMS 参数	Parameter	Value	Paramete	Value
	Analyzer Pressure Readback (mbar)	1.00E-06	Plasma Power (W)	1550
	Spray Chamber Temperature (℃)	2	Auxilliary Flow (L/min)	0.80
	Cool Flow (L/min)	14	Nebulizer Flow (L/min)	0.75
	Peristaltic Pump Speed (rpm)	25	Torch Vertical Position	-0.9
	Q Cell gas (mL/min)	He4.0	KED	3v
分析者	王其枫			
分析时间	2016.4.17-4.18			
审核人	荆淼			

1. 流动相及标准曲线配置

1.1 流动相 (0.05 mmol/L NH_4NO_3)：1 L 水中加入约 3.4 mL 硝酸和约 3.7 mL 氨水，用 10% 硝酸溶液或 10% 氨水溶液调节 pH 7.0~7.2。

1.2 缓冲液 (0.1mol/L EDTA)：1 L 流动相中加入 33.3 g EDTA，用 10% 硝酸溶液或 10% 氨水溶液调节 pH7.0~7.2。

1.3 Cr(Ⅲ)-EDTA 标准储备液 (10 mg/L)：取 10 mL 三价铬标准溶液 (100 mg/L)，加入 10 mL 缓冲液，用流动相定容至 100 mL，在 50 ℃水浴下保持 1 h，生成 Cr (Ⅲ)-EDTA 络合物。冷却至室温。该溶液可在 4 ℃下保存约 3 个月。

1.4 混合标准溶液：取 Cr (Ⅲ)-EDTA 标准储备液 10 mL，100 mg/L 的六价铬标准溶液 1 mL，置于 100 mL 容量瓶中，用流动相稀释至刻度。该溶液中三价铬和六价铬浓度均为 1 mg/L。分别取上述溶液 0.005、0.025、0.05、0.1、0.25、0.5mL 置于七个 50 mL 容量瓶中，用流动相稀释至刻度，获得三价铬和六价铬浓度均为 0.1、0.5、1、2、5、10 μg/L 的混合标准溶液系列。

ThermoFisher SCIENTIFIC

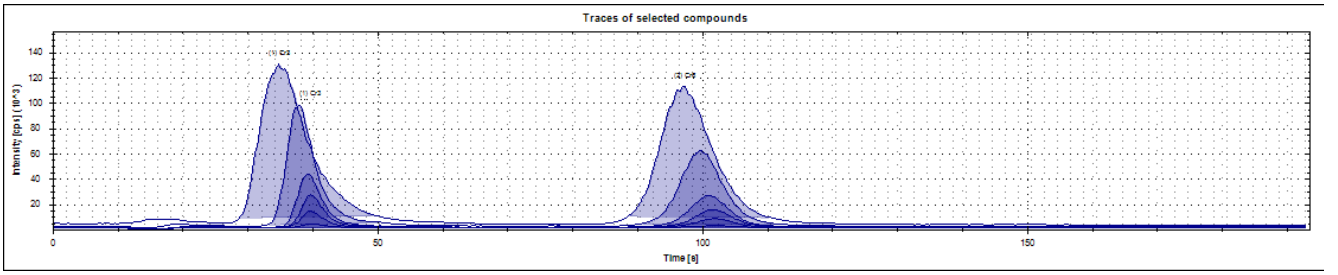
2 色谱分离条件

IC: 流速：1.0 mL/min；进样量：100 µL；柱温：室温；时间：3 min；色谱柱：IonPac AG7（4 × 50 mm）

3 样品前处理

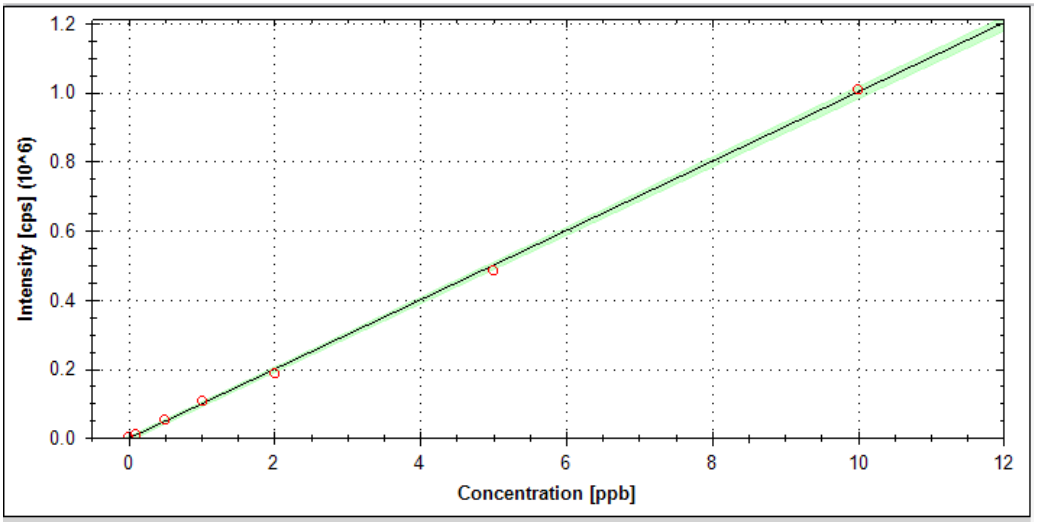
样品制备：取约 0.1000 g 固体奶粉样品，置于 50ml 离心管中，加入流动相 25 mL，缓冲液 5 mL，放置于 50 度水浴摇床中，水浴加热 1.5 小时。期间分次加入 2~3mL 1% 氨水溶液，使溶液 pH 值保持中性至弱碱性。待冷却后，用超纯水定容。取溶液在 8000 r/min 离心 10 min，取上清液过 0.45 µm 滤膜，滤液进 IC-ICP-MS 分析。

4. 标准溶液色谱图（第一个峰为三价铬，第二个峰为六价铬）



5. 线性和线性范围

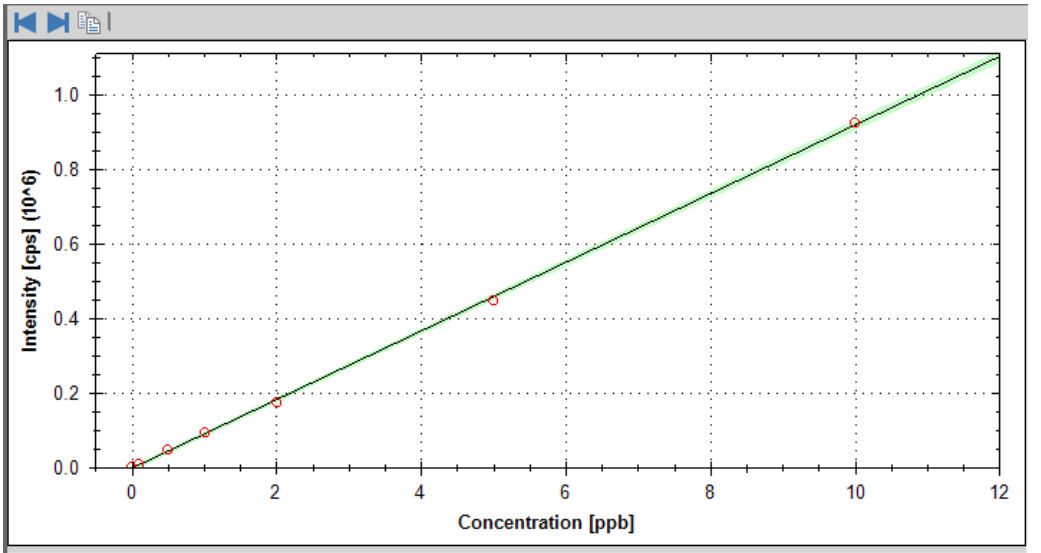
5.1 三价铬的线性范围



f(x) = b*x + a

Parameter	Value	Confidence Delta at 90%	StdErr	Rel. StdErr [%]
b	100,124.643	+/-1,646.696	1,115.723	1.114
a	-343.418	+/-7,103.460	4,812.969	1,401.492
R^2	0.999			
BEC	-0.003 ppb			

5.2. 六价铬的线性范围

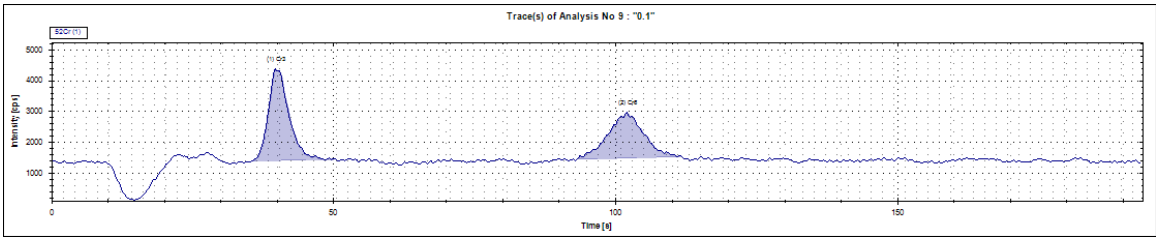


f(x) = b*x + a

Parameter	Value	Confidence Delta at 90%	StdErr	Rel. StdErr [%]
b	91,926.609	+/-1,086.238	735.983	0.801
a	-236.455	+/-4,685.776	3,174.860	1,342.692
R^2	1.000			
BEC	-0.003 ppb			

6. 方法检出限

稀释并检测铬（ VI ）标准溶液，采用大于三倍信噪比（ S/N>3 ）的峰高所对应的 CrVI 形态含量作为方法检出限，溶液中为 100 ppt。



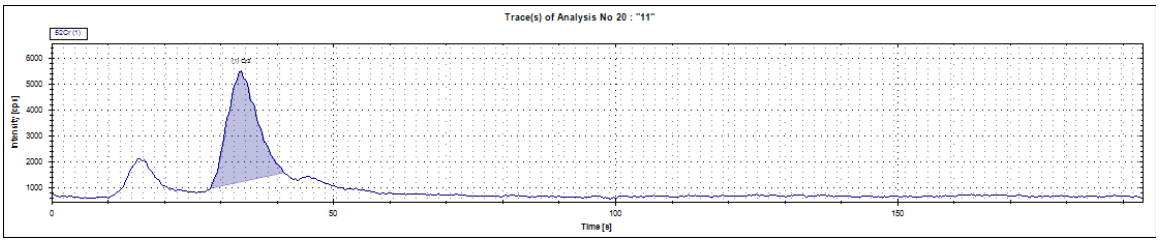
7. 实际样品结果

稀释并检测铬（ VI ）标准溶液，采用大于三倍信噪比（ S/N>3 ）的峰高所对应的 CrVI 形态含量作为方法检出限，溶液中为 100 ppt。

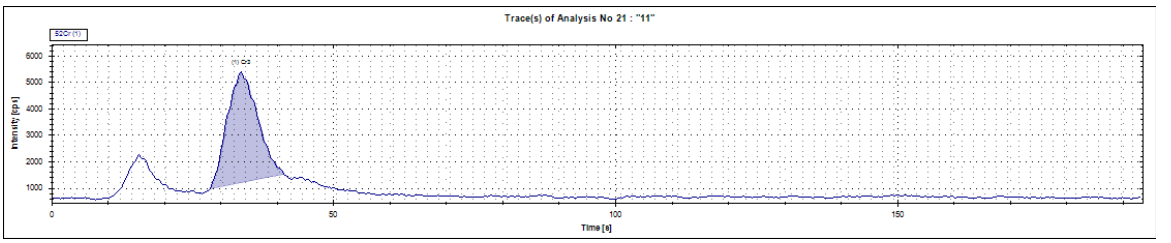
	称样量	定容		上机浓度（ppm）		样品浓度（ppm）	
奶粉 1	0.1056g	50ml	平行 1	CrIII 0.263	CrVI NA	CrIII 0.125	CrVI NA
			平行 2	CrIII 0.262	CrVI NA	CrIII 0.124	CrVI NA
奶粉 2	0.1081g	50ml	平行 1	CrIII 0.294	CrVI NA	CrIII 0.136	CrVI NA
			平行 2	CrIII 0.305	CrVI NA	CrIII 0.141	CrVI NA

实际样品谱图

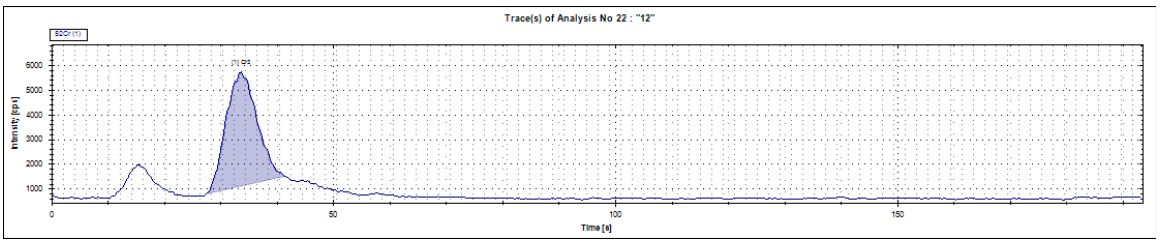
7.1 奶粉 1--- 平行 1



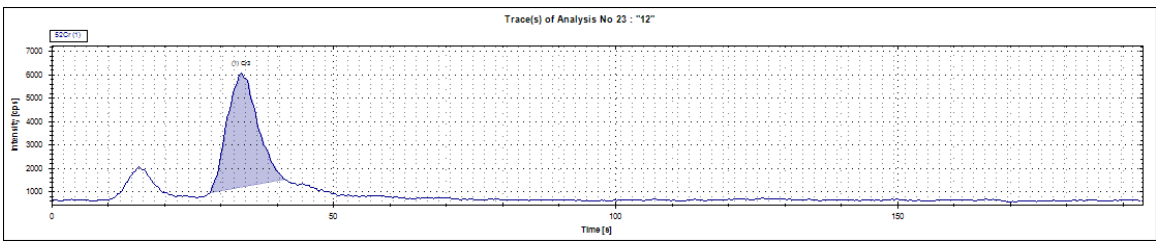
7.2 奶粉 1--- 平行 2



7.3 奶粉 2--- 平行 1



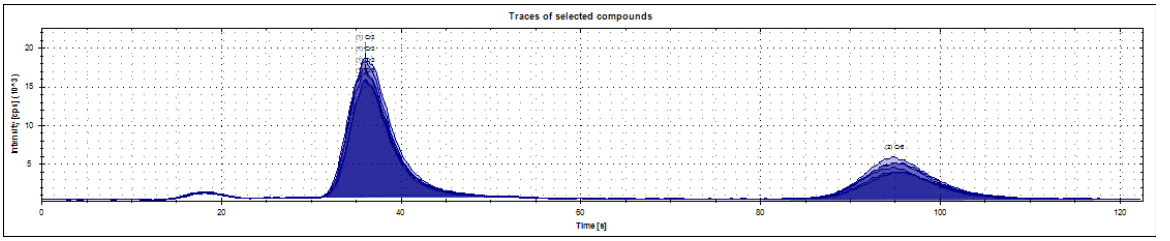
7.4 奶粉 2--- 平行 2



8. 样品中六价铬加标回收率

样品浓度（CrVI）	加标量（ppb）	测定值（ppb）	加标回收率（%）
NA	0.5	0.481	96.2%
NA	0.5	0.470	94.0%
NA	0.5	0.451	90.2%
NA	0.5	0.430	86.0%
NA	0.5	0.383	76.6%
NA	0.5	0.364	72.8%
NA	5.0	5.436	108.7%
NA	5.0	5.195	103.9%
NA	5.0	4.642	92.5%
NA	5.0	4.618	92.4%
NA	5.0	4.200	84.0%
NA	5.0	3.985	79.7%

加标 0.5ppb 三价铬和六价铬回收率谱图叠加图



加标 5.0ppb 三价铬和六价铬回收率谱图叠加图

