

# ICP-MS 测定聚丙烯和高密度聚乙烯中 16 种痕量元素的方法验证

## 应用简报

### 作者

Elisabete S. Saron,  
Marcelo A. Morgano,  
Paulo H. M. Kiyataka 和  
Silvia T. Dantas  
食品科技研究所  
巴西圣保罗州坎皮纳斯

Fabio F. Silva  
安捷伦科技（巴西）公司  
巴西圣保罗州圣保罗市

Gabrielle F. Santos 和 Solange Cadore  
坎皮纳斯大学  
巴西圣保罗州坎皮纳斯

### 摘要

食品包装中使用的塑料材料中可能含有某些对人类和环境健康有害的物质，这些物质中的潜在有毒元素会迁移到食品中去。对塑料材料进行元素测定分析是一件颇具挑战性的事情，无论是确保样品的均匀性/代表性，还是样品消解和定量，都很有难度。Agilent 7700 系列 ICP-MS 系统是一款能够对潜在有毒元素进行定量的强大工具，它能够借助独特的高基质进样 (HMI) 系统测定（即使是）诸如消解聚合物之类复杂基质中的痕量元素。本应用简报将介绍食品包装聚合物样品中 16 种元素测定的方法验证。



**Agilent Technologies**

## 前言

在2011年，巴西生产了650.2万吨加工塑料，其中16%（1040吨）被用于生产食品和饮料包装，而这其中聚丙烯（PP）占25%，高密度聚乙烯（HDPE）占21% [1]。科学家和相关机构对此非常关注，因为塑料材料可能会被危害人类健康以及导致环境失衡的元素污染。这些污染可能来自于塑料生产中使用的原材料、聚合工艺中使用的催化剂残留、添加剂（热稳定剂）、色素甚至材料加工等 [2]。食品包装中这些潜在的有毒元素会迁移到食品中，从而对消费者带来摄入风险。如果这些聚合物材料处置不当，它们中含有的潜在有毒元素还可能会造成环境污染风险。

通过测定塑料材料中潜在有毒元素的浓度来评估污染程度是进行污染控制和风险评估的第一步，而样品中目标元素的浓度水平差异很大，从较低的 ppb ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ) 级到 ppm ( $\text{mg}/\text{kg}$ ) 级都有可能存在。

为达到所要求的性能，要求技术必须足够灵敏（能够测定消解样品中的低浓度元素）以及足够宽的线性工作范围（方法线性能够涵盖浓度更高的样品），系统必须足够耐用，以便在运行大批量分析时仍可保持长期稳定性。GINÉ-ROSIAS 等人 [3] 介绍了使用 ICP-MS 对塑料材料样品进行低浓度多元素定量以及同位素比值分析。Agilent 7700 系列 ICP-MS 拥有执行塑料材料超痕量元素测定分析所需的所有性能，其独特的 HMI（高基质进样）系统能够提高等离子体的稳定性，即使在 ICP-MS 分析重基质样品时也是如此。

本研究的目的是开发并验证一种测定十六种元素的方法，这些元素涵盖了巴西 [4, 5] 和欧洲 [6] 关于食品包装中 HDPE 和 PP 样品的主要安全法规所涉及元素（Li、B、Cr、Mn、Fe、Co、Cu、Zn、As、Se、Cd、Sn、Sb、Ba、Hg 和 Pb）。

## 实验部分

本实验所有溶液均采用分析纯试剂以及 Milli-Q 系统（Millipore Merck，德国达姆斯塔特）制得的  $18.2 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$  超纯水制备。校准曲线标准溶液使用浓度为  $1000 \text{ mg}/\text{L}$  的单元素（Li、B、Cr、Mn、Fe、Co、Cu、Zn、As、Se、Cd、Sn、Sb、Ba、Hg 和 Pb）储备溶液（美国 Fluka，Sigma-Aldrich 和德国达姆斯塔特 Merck）制备。采用 Ge、In、Sc 和 Y（Specsol，巴西圣保罗）浓度均为  $250 \mu\text{g}/\text{L}$  的溶液作为在线内标。

执行酸消解前，用低温球磨仪将 HDPE 和 PP 样品碾碎。称取大约 4 g 预切碎的样品置于 50 mL CryoMill 不锈钢罐（Retsch，德国哈恩）中，罐中装有一个 25 mm 的不锈钢研磨球。然后，按照表 1 所示的程序对样品进行研磨。

表 1. 均质化聚合物材料样品的低温研磨程序

步骤	时间 (min)	频率 (MHz)	液氮
预冷却	10	—	X
研磨 1	2	25	—
中间冷却	2	—	X
研磨 2	2	25	—

在密闭系统中辅以微波加热方式对研磨后的聚合物样品进行酸消解。使用精度为  $10^{-4}$  g 的分析天平 (A-250, 飞世尔科技) 称取约 200 mg 样品置于 Teflon 管中。然后, 加入 5 mL 65% (m/v)  $\text{HNO}_3$  和 2 mL 48% m/v  $\text{H}_2\text{O}_2$  (均购自 Merck, 德国达姆斯塔特), 再加入 1 mL 超纯水。将该混合物于室温下放置 1 h, 让样品与消解混合物反应。将消解罐密封并使用 ETHOS 1 微波系统 (Milestone, 意大利) 进行消解, 如表 2 所示, 消解程序分 4 步, 最高温度为 220 °C, 总时间为 50 分钟。用超纯水将消解溶液定量转移至 50 mL 容量瓶中。

表 2. 消解塑料材料的加热程序

步骤	程序升温时间 (min)	温度 (°C)	保持时间 (min)
1	5	110	10
2	5	170	10
3	5	220	30

进行方法验证时, 使用 As、Pb、Cd、Hg、Sb 和 Zn 标准浓度已知的低密度聚乙烯 - ERM-EC680k (来自参比物质和测量研究所 IRMM, 比利时赫尔) 认证参比物质 (CRM)。为测定其他元素的准确性, 采用了往 CRM 中添加标准的方法。对含及不含 0.3% (m/m) 硬脂酸镁添加剂的 HDPE 和 PP 树脂样品, 都做了标准加入法, 所有元素的添加浓度都为三个浓度水平 (L1、L2 和 L3)。

使用 7700 系列 ICP-MS 系统 (G3281A) 进行元素定量, 该系统配有 Agilent I-AS 自动进样器 (G3160B)、标准进样系统 (MicroMist 玻璃同心雾化器、石英双通道雾化室、带高基质进样系统 (HMI) 稀释端口的连接管、内径 2.5 mm 石英炬管和标准镍锥)。使用 ICP-MS MassHunter 软件中的 Materials Preset Method (材料预设方法) 对 7700 系列 ICP-MS 系统进行调谐。本方法中使用了 He 和 HEHe (高能量) 模式。表 3 列出了调谐条件。

根据 DOQCGCRE-008 文件 [7] 进行方法验证, 评估的参数涉及校准曲线线性 (R)、精密度和准确性。检测限 (LOD) 和定量限 (LOQ) 分别采用 3 s 和 10 s 计算 [8]。

表 3. Agilent 7700 系列 ICP-MS 系统操作条件

Agilent 7700 系列 ICP-MS 系统参数	
RF 功率	1600 W
等离子体气体流量	15 L/min
辅助气流量	0.9 L/min
载气流量	0.35 L/min
气溶胶稀释氦气流量 (HMI)	0.6 mL/min
元素/内标数量	16/3
重复/峰型模式/吹扫	3/1/100
读取时间	2.4 min
池调谐模式	He/HEHe
采样深度	10 mm
模式切换时间 (He/HEHe)	10 秒
HEHe 模式下的 He 池流量	10 mL/min
HEHe 模式下的动能歧视	7 V
He 模式下的 He 池流量	5 mL/min
He 模式下的动能歧视	5 V

## 方法开发及验证

在方法开发过程中，我们注意到即使在样品消解后对同一个溶液重复测定三次，得到的标准偏差依然很高。为校正这一影响，使用 Ge、In、Sc 和 Y 作为内标。对溶液中的每个内标元素对所有分析元素的信号校正效果进行了选择实验。为每个分析物选择最佳内标的经验标准是测量值（重复三次）的标准偏差以及认证参比物质/加标回收率。但是，单靠内标校正还不够，方法仍存在着漂移现象，长期稳定性不好。我们必须提高等离子体的耐用性。因此，在应用 HMI 系统时我们采用了预设方法条件进行高基质调谐。HMI 系统将在雾化室和炬管的连接处导入一股氦气流，该气流与样品气溶胶流垂直，促进了由复杂调谐算法控制的气溶胶稀释。图 1 所示为系统示意图。应用 HMI 后， $^{140}\text{Ce}^{16}\text{O}^+ / ^{140}\text{Ce}^+$  比值从大约 1.5% 降至小于 1%，方法的精密度也获得显著提高，仪器性能已满足方法验证要求。

方法验证过程中通过相关系数 (R) 来计算校准曲线的线性。在以下浓度范围内，所有元素的 R 均大于 0.99：Hg 0.5–40  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；Cd、Sn、Sb 和 Pb 2–200  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；As 和 Se 5–60  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；Cr、Co 和 Cu 10–300  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；B 300–1000  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，Li、Mn、Fe、Zn 和 Ba 100–1000  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

在初始校准后，运行 10 个分析空白样以测定标准偏差 (s) 并计算检测限 ( $\text{LOD} = 3 \times s$ ) 和定量限 ( $\text{LOQ} = 10 \times s$ )。通过变异系数 (CV,  $n = 9$ ) 计算精密度，准确度则由分析物回收率进行评估。在计算精密度和回收率时，使用的均为认证参比物质低密度聚乙烯-ERM-EC680k (CRM)。所得各值见表 4。

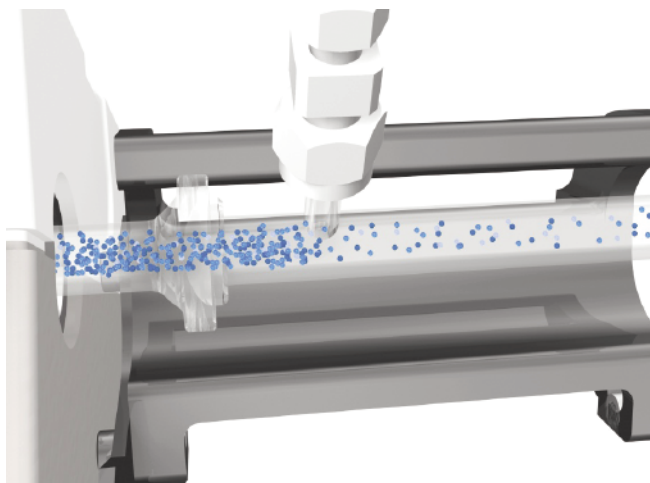


图 1. 耐高基质进样 (HMI) 系统操作

除 Sn 的精度为 10% 外，所有其他元素的 CV 值均小于 6.5%。但是，根据 Horwitz [9] 计算所得所有元素的值均低于最大 CV (15%)。因此，可认为此方法是精确的。

CRM 分析所得所有元素的回收率介于 90%~110%，证明方法准确性良好。我们还向 HDPE 和 PP 样品 ( $n=3$ ) 中添加了与校准曲线相关的三个浓度水平 (低-L1, 中-L2 和高-L3) 的标准，根据回收率评估准确性，该测试在两天内完成。

虽然 Cr 的 CRM ERM-EC680k 认证均值为  $20.2 \pm 1.1 \text{ mg}/\text{kg}$ ，但受取样以及传统酸消解法消解条件 (酸混合物、温度、压力) 的影响，实测值介于 2.9~16.2  $\text{mg}/\text{kg}$  [10]。本实验中 Cr 的均值为 4.89  $\text{mg}/\text{kg}$ 。因此，本实验中获得的 Cr 的回收率基于 CRM 中的添加标准浓度。

HDPE 和 PP 样品中添加三种标准浓度后所得均值分别见表 5 和表 6。

表 4. 元素测定中评估的同位素、池模式、内标、LOD、LOQ、精度 (CV— 变异系数) 以及准确度

同位素	内标	池模式	LOD (µg/kg)	LOQ (µg/kg)	精度 CV (%)	分析物预期浓度 (mg/kg)	准确度 (%)	
							CRM	加标 CRM
<sup>7</sup> Li	In <sup>115</sup>	He	3.1	10.2	2.7	0.40 <sup>(1)</sup>	--	90.9
<sup>11</sup> B	In <sup>115</sup>	He	64.4	214.5	6.4	0.40 <sup>(1)</sup>	--	94.6
<sup>52</sup> Cr	Sc <sup>45</sup>	HEHe	0.3	0.9	5.2	0.05 <sup>(1)</sup>	--	99.2
<sup>55</sup> Mn	Ge <sup>72</sup>	HEHe	0.5	1.6	1.4	0.40 <sup>(1)</sup>	--	103.1
<sup>56</sup> Fe	Y <sup>89</sup>	He	19.3	64.4	2.5	0.40 <sup>(1)</sup>	--	98.4
<sup>59</sup> Co	Ge <sup>72</sup>	He	0.2	0.5	4.3	0.05 <sup>(1)</sup>	--	100.7
<sup>63</sup> Cu	Sc <sup>45</sup>	He	0.2	0.7	6.4	0.05 <sup>(1)</sup>	--	83.6
<sup>64</sup> Zn	In <sup>115</sup>	He	9.3	31.0	4.3	137 ± 20 <sup>(2)</sup>	91.7	--
<sup>75</sup> As	Ge <sup>74</sup>	He	0.1	0.2	4.5	4.1 ± 0.5 <sup>(2)</sup>	83.6	--
<sup>78</sup> Se	In <sup>115</sup>	HEHe	0.2	0.6	2.7	0.015 <sup>(1)</sup>	--	104.9
<sup>111</sup> Cd	Y <sup>89</sup>	He	1.6	5.2	1.8	19.6 ± 1.4 <sup>(2)</sup>	83.3	--
<sup>116</sup> Sn	Sc <sup>45</sup>	HEHe	2.1	7.1	10.0	15.3 ± 2.8 <sup>(2)</sup>	81.8	--
<sup>123</sup> Sb	Ge <sup>74</sup>	He	0.1	0.3	4.3	10.1 ± 1.6 <sup>(2)</sup>	87.0	--
<sup>137</sup> Ba	In <sup>115</sup>	He	0.5	1.6	2.6	0.40 <sup>(1)</sup>	--	100.6
<sup>202</sup> Hg	Ge <sup>74</sup>	He	1.4	4.7	4.3	4.64 ± 0.20 <sup>(2)</sup>	110.1	--
<sup>206</sup> Pb	Ge <sup>74</sup>	He	1.1	3.6	3.8	13.6 ± 0.5 <sup>(2)</sup>	98.8	--

<sup>(1)</sup> CRM 中加入的标样浓度

<sup>(2)</sup> CRM 中分析物的认证浓度值

表 5. HDPE 和添加有硬脂酸镁的 HDPE 的标准加入回收结果, 三种添加浓度水平 (低-L1、中-L2 和高-L3)

同位素	添加入 HDPE 和含硬脂酸镁的			回收率 (%) <sup>(1)</sup>					
	HPDE 中 (µg/kg)			HPDE			HPDE + 硬脂酸镁		
	L1	L2	L3	L1	L2	L3	L1	L2	L3
<sup>7</sup> Li	150	500	900	97.2	95.9	94.7	92.2	100.9	98.0
<sup>11</sup> B	350	450	900	96.4	104.4	107.9	95.9	106.9	114.1
<sup>52</sup> Cr	20	80	250	103.1	102.3	103.3	102.3	100.3	103.4
<sup>55</sup> Mn	150	500	900	102.0	100.7	100.0	100.9	99.1	101.5
<sup>56</sup> Fe	150	500	900	88.8	101.2	99.2	88.8	102.2	101.7
<sup>59</sup> Co	20	80	250	97.2	107.9	103.8	101.4	103.5	106.0
<sup>63</sup> Cu	20	80	250	102.2	100.5	104.3	92.9	105.4	101.6
<sup>64</sup> Zn	150	500	900	95.8	94.6	92.5	103.2	97.1	95.2
<sup>75</sup> As	8	20	50	101.9	108.7	103.0	106.2	103.4	105.3
<sup>78</sup> Se	8	20	50	96.7	99.6	99.1	90.0	99.1	98.2
<sup>111</sup> Cd	4	40	150	99.2	96.9	95.4	97.6	101.3	96.7
<sup>116</sup> Sn	4	40	150	115.7	112.3	123.1	114.5	111.9	114.1
<sup>123</sup> Sb	4	40	150	115.7	128.6	123.4	112.4	114.7	124.3
<sup>137</sup> Ba	150	500	900	100.3	100.4	98.1	97.9	102.3	101.1
<sup>202</sup> Hg	8	20	50	104.7	109.5	113.7	111.1	110.6	114.3
<sup>206</sup> Pb	4	40	150	103.7	109.3	102.8	112.6	107.3	105.4

<sup>(1)</sup> 两天测定三次所得的均值

表 6. PP 和添加有硬脂酸镁的 PP 的回收率实验结果, 三种添加浓度水平 (低-L1、中-L2 和高-L3)

同位素	添加入 PP 和含硬脂酸镁的 PP 中 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )			回收率 (%) <sup>(1)</sup>					
	L1	L2	L3	PP			PP + 硬脂酸镁		
				L1	L2	L3	L1	L2	L3
<sup>7</sup> Li	150	500	900	108.1	105.1	107.6	107.0	110.6	108.5
<sup>11</sup> B	350	450	900	95.8	97.2	100.2	107.2	102.5	101.2
<sup>52</sup> Cr	20	80	250	92.3	96.5	103.3	103.4	102.7	103.6
<sup>55</sup> Mn	150	500	900	99.7	100.1	100.9	100.7	100.8	102.2
<sup>56</sup> Fe	150	500	900	114.3	102.9	103.3	102.5	103.6	104.0
<sup>59</sup> Co	20	80	250	102.4	103.8	104.0	112.7	105.2	106.7
<sup>63</sup> Cu	20	80	250	99.00	97.4	102.7	100.8	104.9	105.4
<sup>64</sup> Zn	150	500	900	81.4	89.0	89.1	87.1	94.2	92.3
<sup>75</sup> As	8	20	50	91.8	94.4	97.4	95.7	99.6	97.8
<sup>78</sup> Se	8	20	50	91.0	98.7	100.9	95.4	101.4	102.4
<sup>111</sup> Cd	4	40	150	105.3	97.8	96.2	103.3	99.6	97.0
<sup>116</sup> Sn	4	40	150	94.6	118.6	126.1	87.3	126.8	125.0
<sup>123</sup> Sb	4	40	150	96.0	110.5	112.2	81.8	112.4	111.7
<sup>137</sup> Ba	150	500	900	99.2	99.4	100.0	103.3	103.3	104.2
<sup>202</sup> Hg	8	20	50	100.6	106.9	112.5	94.3	103.1	107.4
<sup>206</sup> Pb	4	40	150	94.2	93.2	93.6	88.9	94.1	91.4

<sup>(1)</sup> 两天测定三次所得的均值

对于本实验所研究的两种聚合物类型来说, 大多数元素在三个浓度水平下的回收率介于 80%~120%。只有元素 Sn 和 Sb 的回收率大于 120%。

表 6 中的数据表明方法性能令人满意, 而且可应用于实际样品 (相关结果随后示出)。

## HDPE 和 PP 分析

为评估此方法在分析含不同金属浓度的塑料样品时的性能, Multicel Pigmentos Indústria e Comércio Ltda (巴西圣保罗) 专门生产了添加有已知百分含量色素的 HDPE 和 PP 样品。我们采用本实验建立的方法对这些样品进行了分析, 结果见表 7。

从上述数据来看, 该方法具有灵敏、稳定以及线性范围宽等重要特征。某些样品中 Cd、Hg 和 Pb 等剧毒元素的浓度非常低, 尽管样品消解时稀释了 250 倍, 我们仍可对某些样品中的这些低浓度元素进行定量。稳定的等离子体以及在线内标可将标准偏差维持在较低水平。宽泛的线性范围可实现  $\mu\text{g}/\text{kg}$  到  $\text{g}/\text{kg}$  级别的元素定量。

表 7. 已知色素百分含量的 HDPE 和 PP 样品的 CRM 结果, mg/kg

同位素	结果	CRM <sup>(3)</sup>	HDPE	HDPE + 硬脂酸镁	HDPE 橙色	PP	PP 蓝色	PP 黑色
<sup>52</sup> Cr	A	4.89	ND	ND	0.04	0.29 <sup>(2)</sup>	143.25	1001.15
	SD	0.72	(4)	(4)	0.01	0.07	7.45	82.88
	Min	3.36	(4)	(4)	0.02	0.24	134.66	942.38
	Max	5.64	(4)	(4)	0.05	0.33	147.93	1095.95
<sup>55</sup> Mn	A	ND	ND	ND	0.04	ND	0.31	215.21
	SD	(4)	(4)	(4)	0.02	(4)	0.02	9.54
	Min	(4)	(4)	(4)	0.02	(4)	0.29	207.57
	Max	(4)	(4)	(4)	0.05	(4)	0.33	225.90
<sup>56</sup> Fe	A	ND	ND	ND	ND	8.55 <sup>(2)</sup>	45.71	14.29
	SD	(4)	(4)	(4)	(4)	1.36	3.86	0.94
	Min	(4)	(4)	(4)	(4)	7.59	41.31	13.35
	Max	(4)	(4)	(4)	(4)	9.51	48.54	15.22
<sup>59</sup> Co	A	0.04	ND	ND	ND	ND	153.17	1.65
	SD	0.01	(4)	(4)	(4)	(4)	13.83	0.06
	Min	0.03	(4)	(4)	(4)	(4)	137.23	1.59
	Max	0.06	(4)	(4)	(4)	(4)	162.24	1.70
<sup>63</sup> Cu	A	14.44	ND	ND	ND	ND	0.36	914.32
	SD	0.34	(4)	(4)	(4)	(4)	0.02	76.88
	Min	14.05	(4)	(4)	(4)	(4)	0.34	852.43
	Max	15.03	(4)	(4)	(4)	(4)	0.39	1000.38
<sup>64</sup> Zn	A	125.56	ND	1.64 <sup>(3)</sup>	127.22	ND	2.08 <sup>(2)</sup>	2.99
	SD	5.40	(4)	0.33	0.33	(4)	0.10	0.13
	Min	117.21	(4)	1.41	126.91	(4)	2.01	2.84
	Max	132.89	(4)	1.87	127.57	(4)	2.15	3.10
<sup>75</sup> As	A	3.43	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	SD	0.16	(4)	(4)	(4)	(4)	(4)	(4)
	Min	3.10	(4)	(4)	(4)	(4)	(4)	(4)
	Max	3.59	(4)	(4)	(4)	(4)	(4)	(4)
<sup>78</sup> Se	A	0.24	ND	ND	575.89	ND	ND	ND
	SD	0.05	(4)	(4)	5.86	(4)	(4)	(4)
	Min	0.18	(4)	(4)	569.25	(4)	(4)	(4)
	Max	0.33	(4)	(4)	580.33	(4)	(4)	(4)
<sup>110</sup> Cd	A	18.38	0.10	0.16	5508.00	ND	ND	ND
	SD	0.47	0.04	0.05	105.18	(4)	(4)	(4)
	Min	17.45	0.06	0.10	5393.06	(4)	(4)	(4)
	Max	18.89	0.14	0.21	5599.46	(4)	(4)	(4)
<sup>116</sup> Sn	A	12.52	0.26	0.27	5932.58	ND	ND	ND
	SD	1.25	0.03	0.08	88.45	(4)	(4)	(4)
	Min	11.01	0.2	0.21	5844.27	(4)	(4)	(4)
	Max	14.29	0.27	0.36	6021.16	(4)	(4)	(4)

表 7. 已知色素百分含量的 HDPE 和 PP 样品的 CRM 结果, mg/kg (续)

同位素	结果	CRM <sup>(3)</sup>	HDPE	HDPE + 硬脂酸镁	HDPE 橙色	PP	PP 蓝色	PP 黑色
<sup>123</sup> Sb	A	8.78	ND	ND	ND	ND	ND	ND
	SD	0.38	(4)	(4)	(4)	(4)	(4)	(4)
	Min	8.14	(4)	(4)	(4)	(4)	(4)	(4)
	Max	9.24	(4)	(4)	(4)	(4)	(4)	(4)
<sup>137</sup> Ba	A	7.58	ND	ND	29.10	ND	ND	ND
	SD	0.19	(4)	(4)	1.10	(4)	(4)	(4)
	Min	7.17	(4)	(4)	28.16	(4)	(4)	(4)
	Max	7.85	(4)	(4)	30.31	(4)	(4)	(4)
<sup>202</sup> Hg	A	5.11	0.33	0.16 <sup>(2)</sup>	0.15 <sup>(2)</sup>	ND	ND	ND
	SD	0.22	0.11	0.07	0.04	(4)	(4)	(4)
	Min	4.82	0.22	0.12	0.12	(4)	(4)	(4)
	Max	5.45	0.45	0.21	0.18	(4)	(4)	(4)
<sup>206</sup> Pb	A	13.44	ND	ND	0.12	ND	ND	ND
	SD	0.52	(4)	(4)	0.03	(4)	(4)	(4)
	Min	12.61	(4)	(4)	0.10	(4)	(4)	(4)
	Max	14.01	(4)	(4)	0.15	(4)	(4)	(4)

A/SD/Min/Max: 均值/标准偏差/最小值/最大值

<sup>(1)</sup> 实际重复三次

<sup>(2)</sup> 实际重复两次

<sup>(3)</sup> 实际重复九次

<sup>(4)</sup> 不适用

ND: 未检出

所有样品中均未检出 Li 和 B

## 结论

本应用简报介绍了一种用于分析塑料材料中两类聚合物 (HDEP 和 PP) 的验证型方法, 同时展示了 Agilent 7700 系列 ICP-MS 系统功能如何通过来自预设方法的调谐条件、借助 HMI 获得稳定条件 (无需担心灵敏度的损失) 以及可实现 g/kg 级元素定量 (无需稀释) 的宽线性范围来促进方法的开发。

此方法可应用于食品包装塑料材料的研究, 还可用于元素从塑料材料向食品迁移的进一步相关研究。该方法遵循关于材料丢弃的当前相关法规, 如东北州州长联合会 (美国) [11]、欧盟议会 (94/62/EC 指令) [12] 以及 RoHS – 限制使用某些有害物质 (2002/95/EC 指令) [13]。



## 参考文献

1. Associação Brasileira da Indústria do plástico. Perfil 2011. Indústria brasileira de transformação de material plástico. 20 p. Available in: <[http://file.abiplast.org.br/download/perfil\\_2011\\_site.pdf](http://file.abiplast.org.br/download/perfil_2011_site.pdf)>. Accessed on: 18 October 2013
2. O. Zenebon, L.T.F Murata, N. Pacuet., *et al.* "Determinação de metais presentes em corantes e pigmentos utilizados em embalagens para alimentos" *Revista do Instituto Adolfo Lutz* **63**. n.1, p. 56-62, 2004
3. M.F. Giné-Rosias, *et al.* "Espectrometria de massas com fonte de plasma (ICP-MS)" Piracicaba: CENA 1999, p.118 (*Série Didática* **4**)
4. BRASIL. Ministério da Saúde – Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução - RDC nº 52 de 26 de novembro de 2010. Dispõe sobre corantes em embalagens e equipamentos plásticos destinados a entrar em contato com alimentos. Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil, Brasília, DF, 22 dez. 2010b. Seção 1, n. 244, p. 79-80
5. BRASIL. Ministério da Saúde – Agência Nacional de Vigilância Sanitária. Resolução - RDC nº 56 de 16 de novembro de 2012. Dispõe sobre a lista positiva de monômeros, outras substâncias iniciadoras e polímeros autorizados para a elaboração de embalagens e equipamentos plásticos em contato com alimentos. Diário Oficial [da] República Federativa do Brasil, Brasília, DF, 21 nov. 2011. Seção 1, n. 184, p. 376-377
6. THE EUROPEAN COMMISSION. Commission Regulation (EU) nº 10/2011 of 14 January 2011 on plastic materials and articles intended to come into contact with food Text with EEA relevance. Available in: <<http://eurlex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=CONSLEG:2011R0010:20111230:EN:PDF>> Accessed on: 18 October 2013
7. INMETRO - Instituto Nacional de Metrologia. Normalização e Qualidade Industrial. DOQCGCRE - 008: Orientação sobre validação de métodos analíticos. Rev. 4. Duque de Caxias. 2011. 20 p
8. F.A.L. Ribeiro, *et al.* "Planilha de validação: uma nova ferramenta para estimar figuras de mérito na validação de métodos analíticos univariados" *Química Nova* **31**, n.1, 2008, p.164-171
9. W. Horwitz "Evaluation of analytical methods used for regulation of foods and drugs" *Analytical Chemistry* **54**. n.1. p. 67A-76A, 1982
10. T. Linsinger, A. Liebich, E. Przyk, A. Lamberty "The certification of the mass fraction of, As, Br, Cd, Cl, Cr, Hg, Pb, S and Sb and the assignment of indicative values for Sn and Zn in two polyethylene reference materials" Certified Reference Materials ERM-EC680k and ERM-EC681k. Luxembourg: Office for Official Publications of the European Communities, 2007, 71 p. Report EUR 22784 EN
11. Coalition of Northeast Governors. Toxics in packaging clearinghouse. Available in: <[http://www.toxicsinpackaging.org/which\\_metals.html](http://www.toxicsinpackaging.org/which_metals.html)>. Accessed on: 19 October 2013
12. European Parliament and Council Directive 94/62/EC of 20 December 1994 – on packaging and packaging waste. Official Journal of the European Communities, Brussels, 31 Dec. 1994. p. L 365/10 – L365/23. Available in: <http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/LexUriServ.do?uri=OJ:L:1994:365:0010:0023:EN:PDF>. Accessed on: 19 October 2013
13. European Parliament and Council Directive 2002/65/EC of 27 January 2003 - on the restriction of the use of certain hazardous substances in electrical and electronic equipment

## 更多信息

这些数据代表典型结果。有关我们的产品与服务的详细信息，  
请访问我们的网站：[www.agilent.com/chem/cn](http://www.agilent.com/chem/cn)

[www.agilent.com/chem/cn](http://www.agilent.com/chem/cn)

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本资料中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2013  
2013 年 11 月 12 日，中国印制  
5991-3536CHCN



**Agilent Technologies**