

# ICP-AES法测定奶粉中的八种重金属元素

## ICP-008

**摘要：**采用HNO<sub>3</sub>-H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>(6:2)作为消解剂对奶粉样品进行微波消解，然后应用电感耦合等离子体发射光谱技术(ICP-AES)分别对婴儿奶粉和学生奶粉中的钙、镁、钾、钠、铁、锰、铜和锌八种金属元素进行测定，各元素的回收率在92.0~117.0%之间，相对标准偏差RSD≤3.98，方法检出限在0.30~40.0 μg/L之间。该方法快速简便、准确率高、精密度好，适合奶粉中微量元素和常量元素的测定。

**关键词：**微波消解 ICP-AES 奶粉 元素

随着人们对身体健康的日益重视，奶粉已成为人们日常生活中一种非常重要的营养食品，对婴幼儿来说，奶粉是除母乳外最重要的食品。伴随着成长的需要，在奶粉中添加一些人体所必需的有益元素，使得奶粉的营养更加全面、均衡，从而满足不同人群的需求。为此我国于2010年修订了食品安全国家标准GB 5413.21-2010的国家强制标准，该标准规定了婴幼儿配方食品和乳粉中钙、铁、锌、钠、钾、镁、铜和锰的测定方法。该标准规定了使用原子吸收光谱法测定该8种元素，同时还增加了电感耦合等离子体原子发射光谱测定方法(ICP-AES)。ICP-AES是近年来发展迅速的分析方法，具有检出限低，灵敏度高，精密度好，线性范围宽，同时检测多种元素的优点。本文采用微波消解法处理奶粉样品并使用电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-AES)测定了奶粉中八种金属元素，结果较为满意。

### 实验部分

#### 1.1 仪器

岛津ICPE-9000全谱发射光谱仪

#### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均为玻璃制品；实验所用酸均为优级纯试剂，校准曲线用标准溶液为百灵威化学技术公司生产的原子吸收用单元素标准溶液。实验用水为超纯去离子水。

#### 1.3 校准曲线的配制

配制Ca、Mg、K、Na、Cu、Fe、Mn和Zn八种金属元素的混合标准溶液(见表1)。

表1 校准曲线标准系列(mg/L)

元素Element	1	2	3	4	5
Ca	0.00	1.00	3.00	5.00	10.00
Mg	0.00	1.00	3.00	5.00	10.00
K	0.00	1.00	3.00	5.00	10.00
Na	0.00	1.00	3.00	5.00	10.00
Fe	0.00	1.00	3.00	5.00	10.00
Cu	0.00	0.01	0.05	0.10	1.00
Mn	0.00	0.01	0.05	0.10	1.00
Zn	0.00	0.01	0.05	0.10	1.00

#### 1.4 样品的前处理

分析天平准确称取奶粉粉末约1.0g于干净的聚四氟乙烯消解罐中，加入消解剂(6 mL HNO<sub>3</sub>和2 mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>)，拧紧聚四氟乙烯盖子。按照如下程序进行消解：

步数	时间(min)	功率	温度
1	00:15:00	600 w	210℃
2	00:20:00	600 w	210℃
Vent 冷却	30		

放置冷却半小时后在通风橱内打开，然后将消解液转移至50 mL容量瓶中，去离子水定容至刻度待测。

## 结果与讨论

### 2.1 仪器参数和分析线的选择

ICPE-9000仪器工作参数：高频频率：27.12 MHz，高频输出功率：1.2 kW。同心雾化器，旋流雾室。冷却气流速10 L/min，等离子气流速0.6 L/min，载气流速0.7 L/min。观测方向：轴向。

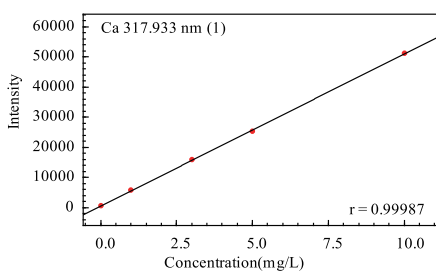
岛津ICPE-9000软件[助手功能]可自动进行测定元素的波长选择，选择共存元素谱线干扰小，检测限低和信背比高的谱线(见表2)

表2 分析线波长

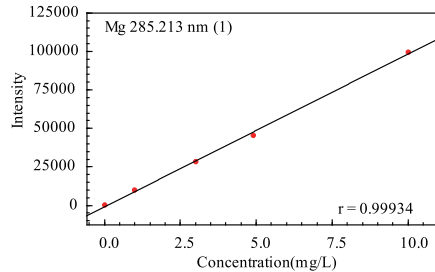
元素	Ca	Mg	K	Na	Cu	Fe	Mn	Zn
波长(nm)	317.933	285.213	766.490	589.592	324.754	238.204	257.610	220.548

### 2.2 标准曲线

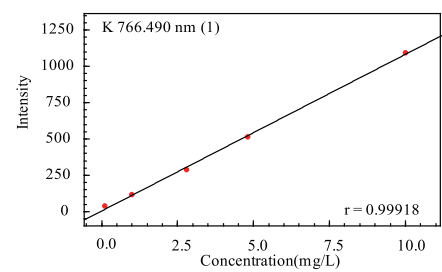
Ca、Mg、K、Na、Cu、Fe、Mn和Zn八种重金属元素的标准曲线如下：



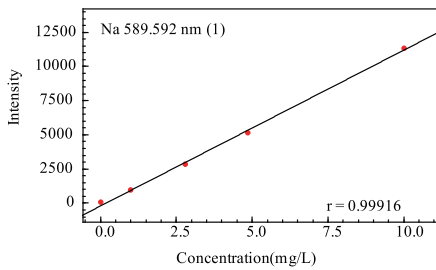
1-1 钙的标准曲线



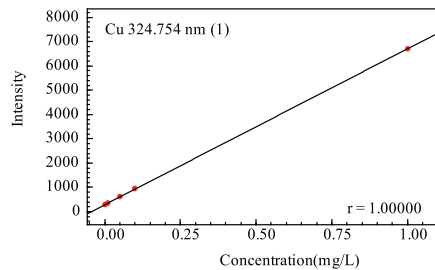
1-2 镁的标准曲线



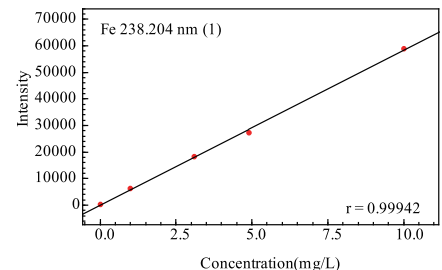
1-3 钾的标准曲线



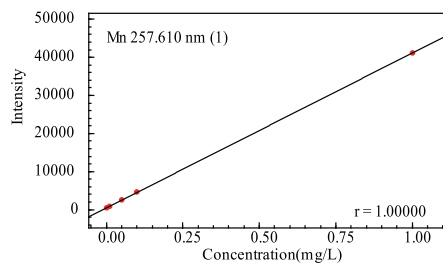
1-4 钠的标准曲线



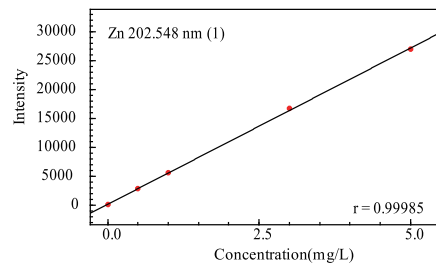
1-5 铜的标准曲线



1-6 铁的标准曲线



1-7 锰的标准曲线



1-8 锌的标准曲线

### 2.3 方法的检出限与精密度(RSD%)

检出限与仪器的性能、样品的基体、元素的灵敏度等都有密切关系。对空白标准溶液(硝酸-双氧水)的分析元素进行10次测定,取3倍的空白标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限,其结果见表3。

表3 检出限及精密度

元素	Ca	Mg	K	Na	Cu	Fe	Mn	Zn
检出限 (μg/L)	3.00	0.60	30.00	20.00	4.80	0.90	0.30	1.2
RSD(%)	1.39	0.16	2.80	0.70	3.98	0.65	2.17	2.61

### 2.4 方法的回收率

为考察方法的准确度,在6个平行样品中加入等量待测元素标准溶液,按实验方法及测定条件进行测定,计算回收率。各元素的回收率见表4。

表4 回收率

元素	样品含量 (mg/L)	加标量 (mg/L)	测定总量 (mg/L)	回收量 (mg/L)	回收率 (%)
Ca	112.50	50.00	162.00	49.50	99.00
Mg	15.80	10.00	26.20	10.30	104.00
K	182.50	10.00	193.00	10.50	105.00
Na	38.50	10.00	50.20	11.70	117.00
Cu	0.07	1.00	0.99	0.92	92.00
Fe	1.49	1.00	2.42	0.90	93.00
Mn	0.23	1.00	1.20	0.97	97.00
Zn	1.01	1.00	1.99	0.98	98.00

### 2.5 测定结果

采用微波消解ICP-AES法测定两种进口奶粉样品分析结果列于表5。由方法的回收率在92.0%~117.00%之间,从而表明该测定结果的数据可靠。

表5 样品测定结果(n=3)

mg/kg

奶粉名称	Ca	Mg	K	Na	Cu	Fe	Mn	Zn
学生奶粉	5587.00	784.66	9063.37	1912.00	3.48	73.99	11.42	50.16
婴儿奶粉	7609.55	1080.71	10534.40	3023.99	0.55	93.69	1.20	0.55

## 结论

本实验采用微波消解ICP-AES法测定了奶粉中Ca、Mg、K、Na、Cu、Fe、Mn和Zn的含量,结果表明:使用该方法安全、快速、易操作、空白值低、方法精密度高、数据准确,并且回收率高,适用于质检部门以及卫生部门对奶粉样品中金属元素的快速检验。