

ICPE-9820 测定食品中多元素的含量

ICP-189

摘要：参考食品安全国家标准《食品中多元素的测定》征求意见稿，使用电感耦合等离子体发射光谱仪测定了食品样品中硫（S）、砷（As）、铬（Cr）、镉（Cd）、铅（Pb）、钼（Mo）、硒（Se）和钴（Co）共八种元素的含量。实验结果表明：该方法分析速度快，各元素的相关系数 $r > 0.9999$ ，定量准确（加标回收率 89.0%~109%）。能够满足食品中硫（S）等八种元素含量的测定。

关键词：ICP-OES 食品 多元素

技术特点：

- ❖ 真空光室设计快速实现 As、S、Se 等元素的稳定测试；
- ❖ 完全应对国家标准修订稿新增元素检测。

食品安全问题一直是人们关注的话题，而元素含量是食品质量检测项目中的必查项目。电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES）不但可以检测复杂体系中微量元素的含量，同时因其极高的仪器灵敏度，可同时检测样品中的痕量元素，因此，ICP-OES 技术成为食品中微量和痕量元素同时分析的理想工具。

GB 5009.268-2016《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》第二法明确规定了电感耦合等离子

体发射光谱法为食品中重金属检测方法。相比于 GB 5009.268-2016，新修订的《食品中多元素的测定》征求意见稿中新增了硫（S）、砷（As）、铬（Cr）、镉（Cd）、铅（Pb）、钼（Mo）、硒（Se）和钴（Co）共八种元素的测试要求。本文利用岛津 ICPE-9820，参考《食品中多元素的测定》征求意见稿测定了食品中硫（S）等 8 种元素的含量。该方法简单、快速、准确度高。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9820 电感耦合等离子体发射光谱仪。

1.2 分析条件

ICPE-9820 仪器分析条件见表 1 所示。

表 1 ICP-OES 分析条件

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
高频功率	1.20 kW	等离子体气流速	10.0 L/min
辅助气流速	0.60 L/min	载气流速	0.60 L/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器类型	同心雾化器
雾化室	旋流雾室	高频频率	27.12 MHz

1.3 样品前处理

称取固体样品 0.2 g（精确至 0.001 g）于微波消解内罐中，加入 5 mL 硝酸，加盖预消解过夜，旋紧罐盖，按照微波消解仪标准操作步骤进行消解（消解参考条件见表 2）。冷却后取出，缓慢打开罐盖排气，用少量水冲洗内盖，将消解罐放在控温电热板上，于 100 °C 加热 30 min，用水定容至 50 mL，混匀备用，同时做空白试验。

表 2 微波消解温度控制程序

步骤	时间 /min	状态	温度 /°C
1	5	升温	120
2	10	保持	120
3	10	升温	190
4	20	保持	190

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线

吸取适量单元素标准贮备液，使用 5% HNO₃ 将多元素溶液逐级稀释配成混合标准工作溶液系列，各元素质量浓度见表 3。部分标准曲线见图 1- 图 4。

表 3 标准曲线溶液浓度系列

元素	单位	STD0	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5
As	mg/L	0	0.25	1.00	2.50	4.00	5.00
Cd	mg/L	0	0.05	0.20	0.50	0.80	1.00
Co	mg/L	0	0.05	0.20	0.50	0.80	1.00
Cr	mg/L	0	0.05	0.20	0.50	0.80	1.00
Mo	mg/L	0	0.05	0.20	0.50	0.80	1.00
Pb	mg/L	0	0.05	0.20	0.50	0.80	1.00
S	mg/L	0	10.0	50.0	100	200	300
Se	mg/L	0	0.25	1.00	2.50	4.00	5.00

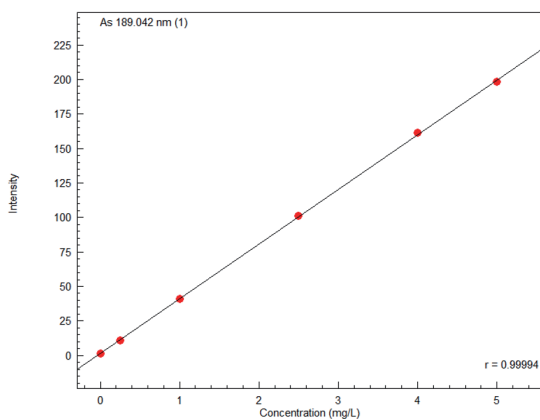


图 1 砷 (As) 元素标准曲线

As 189.042 Best

条件1

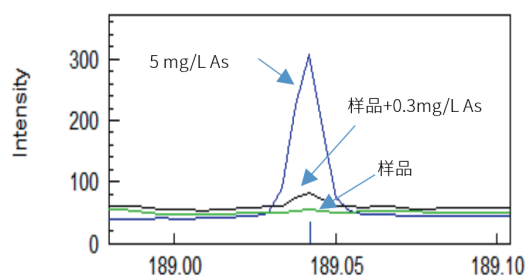


图 2 砷 (As) 元素谱峰轮廓

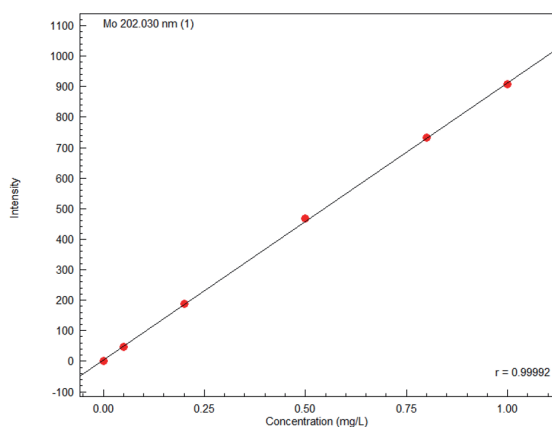


图 3 钼 (Mo) 元素标准曲线

Mo 202.030 Best

条件1

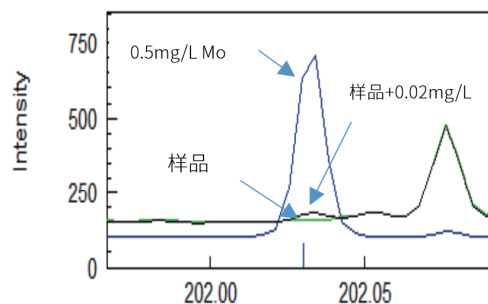


图 4 钼 (Mo) 元素谱峰轮廓

2.2 检出限考察

按照实验方法，对方法空白溶液重复测定 20 次，分别取强度标准偏差的 3 倍和 10 倍除以曲线斜率，按照称样量 0.50 g，定容至 50 mL 计算，求得各元素的检出限量，如表 4 所示。

表 4 方法检出限 (mg/kg)

分析元素	方法检出限	方法定量限	标准要求检出限	标准要求定量限
As	1.41	4.7	2	6
Cd	0.06	0.19	1	3
Co	0.08	0.26	1	3
Cr	0.1	0.31	2	6
Mo	0.16	0.51	1	3
Pb	0.53	1.75	2	6
S	6.8	23	10	30
Se	1.44	4.77	5	15

2.3 样品分析及准确度考察

使用 ICPE-9820 测定善存矿物质片中 As 等 8 种元素含量，实验结果见表 5 所示。

表 5 善存矿物质片分析结果

分析元素	测试值 (mg/kg)	加标浓度 (mg/kg)	回收率 (%)	RSD/%, n=3
As	N.D.	30	105	3.00
		50	96.0	2.72
Cd	0.30	0.5	98.0	1.18
		1.0	104	2.33
Co	N.D.	2	109	1.34
		5	94.6	0.93
Cr	10.8	15	98.0	1.03
		30	98.0	0.27
Mo	0.28	1.0	103	5.19
		2.0	98.5	3.37
Pb	1.56	1.0	95.0	5.31
		5.0	97.6	2.87
S	137	100	94.0	0.98
		200	93.5	0.64
Se	13.7	15	89.3	4.03
		30	89.0	0.55

■ 结论

本文利用电感耦合等离子体质发射光谱仪测定了善存矿物质片中硫 (S)、砷 (As)、铬 (Cr)、镉 (Cd)、铅 (Pb)、钼 (Mo)、硒 (Se) 和钴 (Co) 八种元素含量。实验结果表明：该方法分析速度快，各元素的相关系数 $r > 0.9999$ ，定量准确（加标回收率 89%~108.5%）。能够满足食品中硫 (S) 等八种元素含量的测定。

岛津应用云

