

# ICPMS-2030 测定海产品大虾中多元素含量

## ICPMS-069

**摘要：**参考食品安全国家标准《GB 5009.268-2016 食品安全国家标准食品中多元素的测定》，利用电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）测定了海产品大虾中多元素含量。样品用硝酸和过氧化氢微波消解，内标法进行测试。分析结果表明，各元素方法检出限 0.06~1609  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，相对标准偏差（RSD）为 0.51%~7.12%，测定结果与大虾成分分析标准物质（GBW10050）标准值一致。

**关键词：**ICP-MS 食品安全 海产品 大虾 元素

中国是世界海产品生产和消费大国，拥有广阔的海产品市场。随着经济的不断发展，人民生活水平的不断提高，鱼虾等海产品的消费将迅速上升。铜、锌、铬、铁等是人体必需的微量元素，对人体生长发育、新陈代谢有重要影响，微量元素缺失或过量均会对人体造成危害，汞、镉等元素严重危害人体健康。由于海洋污染等因素可能导致鱼虾等海产品中有毒有害元素的累积，人体中的微量元素主要通过饮食途径摄入，海产品中元素含量的准确分析是保证食品安全和人体健康的重要保障。

常规的元素分析方法包括原子吸收法（AAS）、紫外分光光度法、电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES）、原子荧光法（AFS）、电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）。火焰原子吸收灵敏度低，石墨炉原子吸收分析效率低，ICP-OES 不能满足海产品中低浓度元素的检测，电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）具有灵敏度高、线性范围广等特点，适用于海产品中微量和主量元素的同时快速检测。

## 实验部分

### 1.1 对照品

多元素标准溶液 I（20  $\text{mg}/\text{L}$ ），汞标准溶液（100  $\text{mg}/\text{L}$ ），钪、锆、铈、铋混合标准溶液（100  $\text{mg}/\text{L}$ ），美国 AccuStandard；多元素混合标准溶液 II，1000  $\text{mg}/\text{L}$ ，美国 ULTRA Scientific。

### 1.2 实验检材

大虾成分分析标准物质（GBW10050）。

### 1.3 仪器

岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪。

### 1.4 试剂

硝酸，优级纯；过氧化氢，优级纯。

## 结果与讨论

### 2.1 对照品溶液配制

用 5%  $\text{HNO}_3$  将多元素混合溶液 I 稀释为 0、0.1、0.5、1、5、10、50、100、500  $\mu\text{g}/\text{L}$ ；混合溶液 II 中 K、Mg、Na 稀释为 0、1、2、5、10、20  $\text{mg}/\text{L}$ ；Hg 标准序列为 0、0.25、0.5、1.0、2.0  $\mu\text{g}/\text{L}$ ，加入浓度为 2  $\text{mg}/\text{L}$  的金溶液为稳定剂。1% 硝酸将内标溶液稀释为 500  $\mu\text{g}/\text{L}$ ，使用内标组件在线加内标。

### 2.2 样品处理方法

准确称取 0.5 g 样品于微波消解罐中，加入 6 mL  $\text{HNO}_3$  和 2 mL  $\text{H}_2\text{O}_2$ ，加盖放置过夜后微波消解，升温程序见表 1。消解结束冷却后用少量水冲洗内盖，将消解罐放在电热板上 100 $^\circ\text{C}$  加热 30 min，然后转移至 50 mL 瓶中，加入 2  $\text{mg}/\text{L}$  的金溶液，用水定容至 25 g，混匀备用，同时做空白试验。

表1 微波消解升温程序

步骤	控制温度 (°C)	升温时间(min)	恒温时间(min)
1	120	5	5
2	150	5	10
3	190	5	30

## 2.3 仪器分析条件

ICP-MS 仪器分析条件见表 2。

表2 ICP-MS分析条件

参 数	参数设定	参 数	参数设定
高频功率	1.20 kW	等离子体气流速	8.0 L/min
辅助气流速	1.10 L/min	载气流速	0.70 L/min
炬管类型	Mini炬管	雾化器类型	同轴
雾化室	旋流	雾化室温度	5°C
采样深度	5.0 mm	高频频率	27.12 MHz
碰撞气体	He	碰撞气流速	6 mL/min
池电压	-21 V	能量过滤器电压	7.0 V

## 2.4 结果与讨论

### 2.4.1 标准曲线和检出限

使用内标法校正测量结果。测量空白标准溶液和方法空白溶液 11 次计算仪器检出限和方法检出限（以称样量 0.5 g 定容到 25 g 计算）。曲线相关系数、仪器检出限 (IDL) 和方法检出限 (MDL) 见表 3，各元素方法检出限为 0.06~1609  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

表3 标准曲线相关系数、仪器检出限和方法检出限

元素	质量数	相关系数	IDL( $\mu\text{g}/\text{L}$ )	MDL( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
As	75	0.9997	0.001	1.33
B	11	0.9999	2.95	283
Ba	137	0.9998	0.023	1.41
Cd	111	1.0000	0.002	0.15
Co	59	0.9997	0.005	0.99
Cr	52	1.0000	0.012	32.5
Cu	65	0.9998	0.128	43.2
Fe	57	0.9999	1.09	120
Hg	202	1.0000	0.005	0.46
K	39	0.9996	1.97	295
Mg	24	0.9993	0.812	122
Mn	55	0.9999	0.019	2.44
Mo	95	1.0000	0.009	5.01
Na	23	0.9999	0.373	1609
Ni	60	1.0000	0.012	9.17
Pb	208	1.0000	0.006	0.95
Sb	121	0.9997	0.010	3.52
Se	78	0.9997	0.065	4.83
Sn	118	1.0000	0.012	7.35
Sr	88	0.9994	0.014	2.11
Tl	205	1.0000	0.0002	0.06
V	51	1.0000	0.003	0.44
Zn	66	0.9999	0.040	380

#### 2.4.2 方法准确性

取三份大虾成分分析标准物质，按照前处理程序处理后 ICP-MS 测定，测定结果见表 4，测定值与标准值一致，各元素相对标准偏差（RSD）为 0.51%~7.12%。

表4 大虾成分分析标准物质多元素测定结果

元素	质量数	平均值 (mg/kg)	标准值 (mg/kg)	RSD(%)
As**	75	4.49	2.5	0.73
B	11	1.81	2.0±0.3	2.49
Ba	137	2.05	2.3±0.3	1.71
Cd	111	0.038	0.039±0.002	2.32
Co	59	0.039	0.044±0.005	3.83
Cr	52	0.33	0.35±0.11	4.42
Cu	65	10.5	10.3±0.7	1.95
Fe	57	120	112±12	0.83
Hg	202	0.056	0.049±0.008	6.09
K*	39	0.5	0.49±0.01	1.65
Mg*	24	0.16	0.169±0.006	0.77
Mn	55	8.92	8.9±0.3	1.06
Mo	95	0.034	0.037±0.012	3.59
Na*	23	0.29	0.31±0.02	1.57
Ni**	60	0.19	0.23	4.00
Pb	208	0.2	0.2±0.05	0.51
Sb**	121	0.008	0.016	6.10
Se	78	5.47	5.1	3.78
Sn**	118	0.032	0.024	5.72
Sr	88	20.6	20±2	2.98
Tl	205	0.0019	0.002±0.0005	7.12
V	51	0.18	0.24±0.07	2.08
Zn	66	75.9	76±4	3.60

备注：\*含量单位为%；\*\*中标准值为参考值。

## 结论

参考食品安全国家标准《GB 5009.268-2016 食品安全国家标准食品中多元素的测定》，使用岛津 ICPMS-2030 型电感耦合等离子体质谱仪测定了海产品大虾中多元素含量。该方法灵敏度高，方法检出限 0.06~1609 μg/kg，相对标准偏差（RSD）为 0.51%~7.12%，测定结果与大虾成分分析标准物质（GBW10050）标准值一致，可适用于动物性海产品中多元素含量的分析测定。