

# ICPMS-2030 同时测定强化食品中的营养元素及有害元素

## ICPMS-153

**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》，利用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030，快速测定了钙铁锌强化米粉中营养元素及有害元素的含量。实验结果表明：各元素的相关系数  $r > 0.999$ ，方法检出限低，加标回收率介于 97%~106% 之间，该方法适用于强化食品中营养元素及有害元素的同时测定。

**关键词：**强化食品 ICP-MS 营养元素 有害元素

食品营养强化、平衡膳食、应用营养素补充剂是世界卫生组织推荐的改善人群微量营养素缺乏的三种主要措施。食品营养强化是在代营养科学的指导下，根据不同地区、不同人群的营养缺乏状况和营养需要，以及为弥补食品在常加工、储存时造成的营养素损失，在食品中选择性地加入一种或者多种微量营养素或其他营养物质。食品营养强化不需要改变人们的饮食习惯就可以增加人群对某些营养素的摄入量，从而达到纠正或预防人群微量营养素缺乏的目的。

而强化食品，是否符合标准添加强化剂，标签值

是否与真实值一致，是当前强化食品检测的重点。

在多种元素杂质的检测方法中，电感耦合等离子体质谱 (ICP-MS) 法具有同时分析多种元素、灵敏度高、操作简便快捷的特点，已在重金属及有害元素分析中得到广泛应用。本文参照方法 GB 5009.268-2016《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》，采用微波消解对钙铁锌强化米粉进行前处理，使用岛津电感耦合等离子体质谱仪 (ICPMS-2030)，测定了强化米粉中 Ca、Fe、Zn 强化营养元素及 As、Cd、Ni、Cr 等有害元素含量。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪

### 1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿分别为塑料或玻璃材质，使用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用  $\text{HNO}_3$  为电子级试剂，实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 样品前处理

称取 0.2 g (精确至 0.0001 g) 样品 (某品牌钙铁锌强化米粉) 于聚四氟乙烯微波消解罐中，加入 5 mL  $\text{HNO}_3$  和 2 mL  $\text{H}_2\text{O}_2$ ，盖上消解盖，静置 4 小时后，放入微波消解仪中消解，消解程序见表 1。消解结束后冷却至室温，转移至 50 mL 容量瓶中，用去离子水定容至 50 mL，再用 5% 硝酸稀释 5 倍后，摇匀待测。相同的方法制取空白样品和加标回收样品。

表 1 微波消解程序

	步骤	控制温度 (°C)	升温时间 (min)	恒温时间 (min)
消解程序	1	120	5	5
	2	180	5	15

### 1.4 仪器参数

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	9.0 L/min
辅助气	1.10 L/min	载气	0.70 L/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器	同心雾化器
雾化室	旋流雾室	雾化室温度	5°C
采样深度	5.0 mm	高频频率	27.12 MHz
碰撞气	He	碰撞气流速	6 mL/min
池电压	-21 V	能量过滤器电压	7.0 V

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准曲线溶液配制

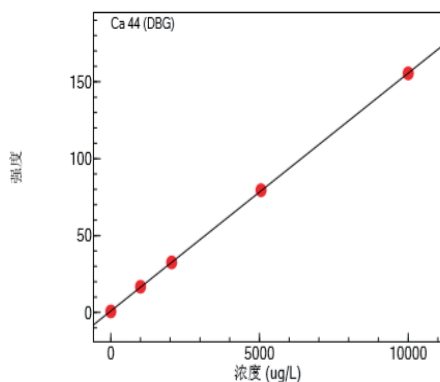
使用 5% HNO<sub>3</sub> 将 Ca、Fe、Zn、P、As、Ba、Cd、Co、Cr、Cu、Li、Mn、Ni、Pb、Sr、Se、Tl 和 V 等多元素稀释配制成混合标准溶液序列，各元素的标准溶液浓度见表 3。内标元素为 Sc、和 Ge，浓度均为 500 µg/L。

表 3 标准溶液浓度及分析质量数

元素	质量数 (amu)	标准曲线浓度 (µg/L)										
		Blank	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7	STD8	STD9	STD10
Ca	44	0	---	---	---	---	---	---	1000	2000	5000	10000
P*	31	0	---	---	---	---	---	---	1000	2000	5000	10000
As	75	0	0.50	1.00	5.00	10.0	---	---	---	---	---	---
Ba	137	0	0.50	1.00	5.00	10.0	---	---	---	---	---	---
Cd	110	0	0.50	1.00	5.00	10.0	---	---	---	---	---	---
Co	59	0	0.50	1.00	5.00	10.0	---	---	---	---	---	---
Cr	52	0	0.50	1.00	5.00	10.0	---	---	---	---	---	---
Cu	63	0	0.50	1.00	5.00	10.0	50.0	---	---	---	---	---
Fe	57	0	0.50	1.00	5.00	10.0	50.0	109	---	---	---	---
Li*	7	0	0.50	1.00	5.00	10.0	---	---	---	---	---	---
Mn	55	0	0.50	1.00	5.00	10.0	---	---	---	---	---	---
Ni	60	0	0.50	1.00	5.00	10.0	---	---	---	---	---	---
Pb	208	0	0.50	1.00	5.00	10.0	---	---	---	---	---	---
Sr	88	0	0.50	1.00	5.00	10.0	---	---	---	---	---	---
Se	78	0	0.50	1.00	5.00	10.0	---	---	---	---	---	---
Tl	205	0	0.50	1.00	5.00	10.0	---	---	---	---	---	---
V	51	0	0.50	1.00	5.00	10.0	---	---	---	---	---	---
Zn	68	0	0.50	1.00	5.00	10.0	50.0	109	---	---	---	---

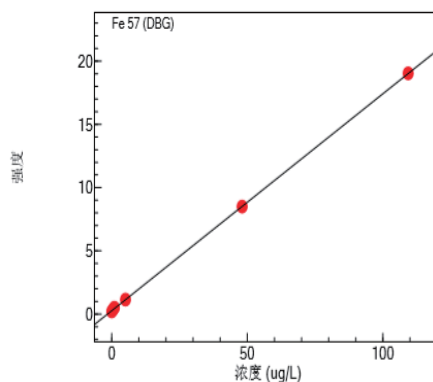
注：\* 为采用 No Gas 模式分析

## 2.2 部分元素标准曲线



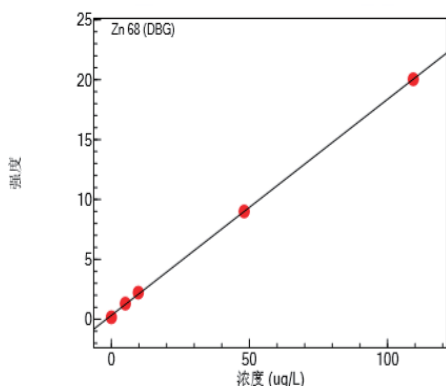
浓度 =  $64.67117 * I - 66.08624$   
 $r = 0.99999$  BEC = 66.08624 (ug/L)  $3\sigma = 10.28817$  (ug/L)  $10\sigma = 34.29389$  (ug/L)

图1 Ca元素的标准曲线  $r=0.99999$



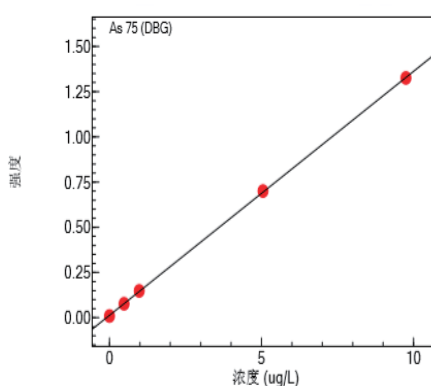
浓度 =  $5.829541 * I - 1.590125$   
 $r = 0.99999$  BEC = 1.590125 (ug/L)  $3\sigma = 0.3761483$  (ug/L)  $10\sigma = 1.253828$  (ug/L)

图2 Fe元素的标准曲线  $r=0.99999$



浓度 =  $5.543183 * I - 1.852921$   
 $r = 0.99991$  BEC = 1.852921 (ug/L)  $3\sigma = 0.0814544$  (ug/L)  $10\sigma = 0.2715148$  (ug/L)

图3 Zn元素的标准曲线  $r=0.99991$



浓度 =  $7.414100 * I - 0.1010352$   
 $r = 0.99997$  BEC = 0.1010352 (ug/L)  $3\sigma = 0.0232121$  (ug/L)  $10\sigma = 0.0773736$  (ug/L)

图4 As元素的标准曲线  $r=0.99997$

## 2.3 样品分析结果及加标回收率

按照实验方法,对空白溶液重复测定11次,取3倍强度的标准偏差除以曲线斜率求得各元素的仪器检出限;使用ICPMS-2030测定钙铁锌强化米粉中的多元素含量,并进行加标回收实验。实验结果见表4。

表4 样品分析结果及加标回收率

元素	检出限 (ug/L)	测定值 (ug/L)	样品含量 (mg/Kg)	加标浓度 (ug/L)	加标后测试 (ug/L)	加标回收率 (%)
<sup>44</sup> Ca	10.3	3970	4957	---	---	---
<sup>57</sup> Fe	0.38	58.7	73.3	49.4	111	105.8
<sup>68</sup> Zn	0.08	38.2	47.7	49.4	89.2	103.2
<sup>31</sup> P*	5.30	2610	3259	---	---	---
<sup>75</sup> As	0.02	N.D.	N.D.	0.51	0.534	104.7
<sup>137</sup> Ba	0.011	1.45	1.81	4.81	6.42	103.3
<sup>110</sup> Cd	0.012	N.D.	---	0.51	0.498	97.6
<sup>59</sup> Co	0.003	0.057	0.072	0.51	0.577	101.9
<sup>52</sup> Cr	0.022	1.21	1.51	4.81	5.96	98.8

<sup>65</sup> Cu	0.063	2.54	3.17	4.81	7.26	99.1
<sup>7</sup> Li*	0.003	0.034	0.043	0.51	0.56	102.5
<sup>55</sup> Mn	0.019	4.76	5.94	4.81	9.58	100.2
<sup>60</sup> Ni	0.032	0.587	0.73	0.51	1.12	104.5
<sup>208</sup> Pb	0.036	1.94	2.42	4.81	6.74	99.8
<sup>78</sup> Se	0.15	N.D.	---	4.81	5.07	105.4
<sup>88</sup> Sr	0.011	2.21	2.75	4.81	7.10	101.9
<sup>205</sup> Tl	0.0008	N.D.	---	0.51	0.52	101.9
<sup>51</sup> V	0.002	0.021	0.026	0.51	0.53	100

备注：1、\* 为使用 No Gas 模式；2、N.D. 表示未检出

## ■ 结论

参照方法 GB 5009.268-2016《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》，使用岛津电感耦合等离子体质谱仪（ICPMS-2030）测定了钙铁锌强化米粉中的营养元素及有害元素的含量。元素线性关系及重复性好，定量准确，各元素的相关系数  $r > 0.999$ ，加标回收率在 97~106% 之间。该方法样品前处理方便，操作简便、快速，可以满足强化食品中多元素测定要求。

岛津应用云

