

ICPMS-2030 系列测定运动营养品中的 营养元素及有害元素

ICPMS-184

摘要：参考 GB 5009.268-2016 《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》，加入硝酸和过氧化氢对运动营养品进行微波消解，使用电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）测定了运动营养品蛋白粉中钾、钠、钙、镁、砷、镉、铬、铅、汞、铜、锰、镍、锑、钴等 23 种元素的含量。分析结果表明，方法检出限低，准确度好，加标回收率 88.5%~113%，适合运动营养品中营养元素及有害元素的同时检测。

关键词：微波消解 ICP-MS 运动营养品 蛋白粉 营养元素 有害元素

运动营养品是日常膳食的一种补充，运动员们会选择一些运动营养品来帮助自己提高成绩保持状态。随着消费者运动意识与健康认知的提升，运动营养品已广泛应用于健美和日常锻炼中。蛋白粉作为运动营养品的一种，它可以提高运动能力，已在运动员和健身人群中广泛使用，它可以补充人体内的糖储备（糖原），避免蛋白质的分解。同时可以促使身体胰岛素的分泌，胰岛素对于肌肉的恢复和增长具有重要的促进作用。

我国对食品安全有着严格的监控，GB 2762-2017 《食品安全国家标准 食品中污染物限量》明确规定了

食品中重金属的限量要求，GB24154-202X 《食品安全国家标准 运动营养食品通则》（草案）也规定了运动营养食品可添加的营养素种类和含量。而相对应的，GB 5009.268-2016 《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》明确规定了食品中重金属检测方法。

电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）具有灵敏度高、检出限低、线性范围广等特点，本文以蛋白粉为例，参考标准 GB 5009.268-2016，使用微波消解仪对样品进行前处理，使用岛津 ICPMS-2030 系列测定了运动营养品蛋白粉中钾、钠、钙、镁、铁等营养元素及砷、镉、铬、铅、汞、铜、锰、镍、锌、锑、钴等有害元素的含量。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪。

1.2 仪器分析条件

ICP-MS 仪器分析条件见表 1。

表 1 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	9.0 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	同心雾化器
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

■ 样品前处理

准确称取 0.2 g 样品于微波消解罐中，加入 6 mL HNO₃ 和 2 mL H₂O₂，置于微波消解仪中消解，升温程序见表 2。消解结束后，冷却，转移至 50 mL 离心管中，加入 1000 mg/L 金溶液 100 μL，定容至 50 mL，混匀备用，同时做空白和加标试验。

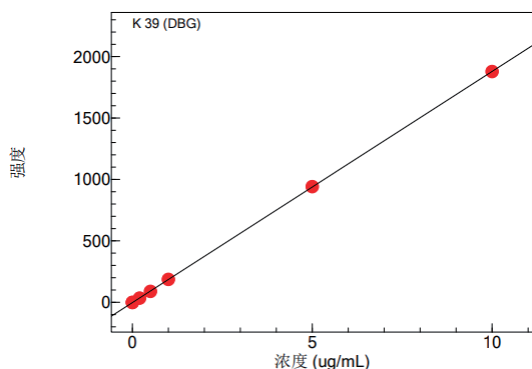
表 2 微波消解程序

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

■ 结果与讨论

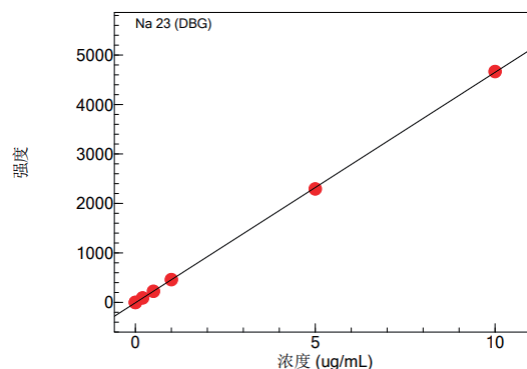
3.1 标准曲线和检出限

使用 2% HNO₃ 将多元素溶液稀释为 0、0.20、0.50、1.0、2.0、5.0、10、20、50、100 μg/L 的标准序列，钾、钠、钙、镁标准序列为 0、0.20、0.50、1.0、5.0、10 mg/L，根据样品中元素实际情况调整标准曲线线性范围；Hg 标准序列为 0、0.20、0.50、1.0、2.0 μg/L（含 2 mg/L 金溶液）。标准曲线见图 1~ 图 4，连续测量空白溶液计算仪器检出限（IDL）和方法检出限（MDL），IDL 和 MDL 结果见表 3。



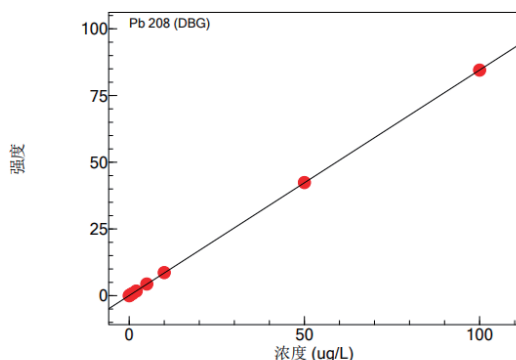
浓度 = 0.0053131 * I + 0.0126372
r = 1.00000 BEC = --- (ug/mL) 3σ = 0.0013114 (ug/mL)

图 1 K 元素标准曲线



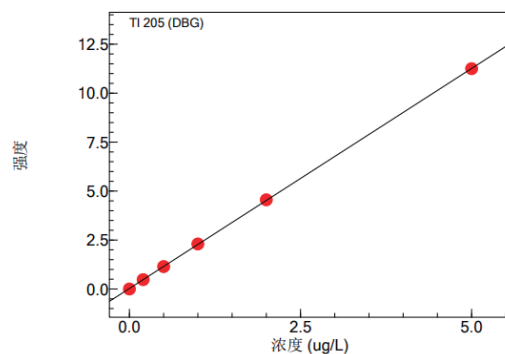
浓度 = 0.0021460 * I + 0.0155422
r = 0.99997 BEC = --- (ug/mL) 3σ = 9.9505e-004 (ug/mL)

图 2 Na 元素标准曲线



浓度 = 1.183055 * I - 0.0753041
r = 1.00000 BEC = 0.0753041 (ug/L) 3σ = 0.0165814 (ug/L)

图 3 Pb 元素标准曲线



浓度 = 0.4449310 * I - 0.0126765
r = 0.99999 BEC = 0.0126765 (ug/L) 3σ = 7.5110e-004 (ug/L)

图 4 Tl 元素标准曲线

表 3 仪器检出限和方法检出限

元素	质量数	相关系数	IDL($\mu\text{g/L}$)	MDL($\mu\text{g/kg}$)	GB5009.268-2016 检出限要求 ($\mu\text{g/kg}$)
K	39	1.00000	1	758	3000
Na	23	0.99997	0.9	625	3000
Ca	44	0.99999	6	2250	3000
Mg	24	0.99998	0.3	280	3000
Fe	56	0.99968	0.379	238	3000
As	75	0.99999	0.016	5	5
Ba	138	0.99994	0.008	5.12	50
Be	9	0.99999	0.004	2.84	---
Bi	209	0.99999	0.007	4.55	---
Cd	110	0.99945	0.010	3	5
Co	59	0.99987	0.006	2	3
Cr	52	0.99968	0.011	7.01	200
Cu	65	0.99995	0.32	200	200
Hg	202	0.99957	0.009	3	3
Li	7	0.99991	0.081	51.2	---
Mn	55	0.99908	0.18	115	300
Ni	62	0.99941	0.12	77.7	500
Pb	208	1.00000	0.016	10.4	50
Sb	121	0.99965	24	2.3	30
Se	78	0.99986	0.075	25	30
Sr	88	0.99995	0.007	4.55	500
Tl	205	0.99999	0.0007	0.2	0.3
V	51	0.99966	4.0	0.39	5

3.2 样品测试结果

样品按照前处理程序处理后，使用内标法，在线加标测定，测定结果见表 4 和表 5，样品加标回收率为 88.5%~113%。

表 4 蛋白粉中常量元素测定结果

元素	质量数	内标	测定值 (mg/L)	RSD% ($n=3$)	结果 (mg/kg)	加标量 (mg/L)	回收率 (%)
K	39	^{45}Sc	3.07	0.86	5.82×10^3	2.0	98.5
Na	23	^{45}Sc	2.27	2.30	4.30×10^3	2.0	88.5
Ca	44	^{45}Sc	6.10	1.25	1.16×10^4	2.5	98.8
Mg	24	^{45}Sc	1.83	0.88	694	2.0	107

备注：按照 GB5009.268-2016，计算结果保留 3 位有效数字。

表 5 蛋白粉中微量元素测定结果

元素	质量数	内标	测定值 ($\mu\text{g/L}$)	RSD% (n=3)	结果 ($\mu\text{g/kg}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
Fe	56	^{72}Ge	38.1	0.51	7.22×10^3	20	105
As	75	^{72}Ge	N.D.	---	---	0.45	91.2
Ba	138	^{103}Rh	1.59	3.90	301	5.0	92.2
Be	9	^{103}Rh	N.D.	---	---	0.45	91.5
Bi	209	^{185}Re	0.09	2.84	17.1	0.45	89
Cd	110	^{103}Rh	0.16	3.83	30.3	0.45	89.7
Co	59	^{103}Rh	0.98	0.57	186	0.45	106
Cr	52	^{45}Sc	0.58	2.70	110	0.45	94.1
Cu	65	^{72}Ge	8.00	2.34	1.52×10^3	20	94.0
Hg	202	^{209}Bi	0.08	3.13	15.2	0.10	89.8
Li	7	^{45}Sc	0.56	1.15	106	0.45	100
Mn	55	^{72}Ge	3.13	1.33	593	5.0	88.5
Ni	62	^{72}Ge	2.38	1.96	451	20	92.3
Pb	208	^{187}Re	0.28	1.64	54.2	0.45	94.4
Se	78	^{72}Ge	3.84	3.62	727	20	99.7
Sr	88	^{72}Ge	10.1	1.43	1.91×10^4	20	113
Tl	205	^{185}Re	N.D.	---	---	0.45	98.4
V	51	^{45}Sc	0.04	4.91	7.48	0.45	98.8
U	238	^{185}Re	0.05	1.90	10.7	0.45	95.8

备注：1. 按照 GB5009.268-2016，计算结果保留 3 位有效数字；2. N.D. 表示未检出。

■ 结论

参考 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 系列电感耦合等离子体质谱仪测定了运动营养品蛋白粉中多元素含量。实验结果表明，该方法检出限低，准确度好，加标回收率 88.5%~113%，适合运动营养品中钾、钠、钙、镁、铁等营养元素及砷、镉、铬、铅、汞、铜、锰、镍、锑、钴等有害元素的同时检测。

岛津应用云

