

Application News

No. J123

ICP/MS
Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry

使用 ICPMS-2030 按照 USP 通则〈2232〉对营养辅助食品中的有害元素进行分析

Analysis of Toxic Elements in Supplements as per USP 2232 Using the ICPMS-2030

■ 前言

Introduction

美国药典(USP)通则〈2232〉对四种用于减肥的营养辅助食品中可能存在的有毒元素规定了每日允许暴露量(Permitted Daily Exposure: PDE)。

因为允许暴露量被设为 PDE 值,所以在测定制剂或其成分中的金属杂质时,需要将 PDE 值换算成浓度。

从国外进口到美国的营养辅助食品产品必须遵守本规定。

本文向您介绍使用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 对营养辅助食品中的砷(As)、镉(Cd)、汞(Hg)和铅(Pb)进行定量分析的示例。

■ 样品

Sample

市售的四种营养辅助食品

- ① 1 片 0.331 g (3 片/天)
- ② 1 片 0.350 g (1 片/天)
- ③ 1 片 0.201 g (1 片/天)
- ④ 1 片 0.380 g (6 片/天)

■ 样品预处理

Sample Preparation

与常规湿分解法相比,微波消解法可在短时间内分解样品。由于使用密封系统,具有砷挥发损失较少的优点。本次分析使用 Milestone General K.K 制造的 ETHOS-One 进行样品消解。

将 1 片样品、0.5 mL 盐酸和 6.5 mL 硝酸装入微波样品预处理装置的石英制容器后进行消解处理。

消解处理后,用纯水定容到 30 mL 作为测定溶液。此时,添加内标元素镓(Ga)、铟(In)和铋(Bi)(测定溶液浓度为 10 µg/L)。

表 1 为样品预处理的微波消解条件。

表 1 样品预处理的微波消解条件
Sample Decomposition Conditions Using the Microwave Digestion System for Sample Preparation

STEP	温度(°C)	时间(分)	功率(W)
1	50	2	1000
2	30	3	0
3	180	25	1000
4	150	1	0
5	180	4	1000
6	180	15	1000

■ 仪器与测定条件

Instrument and Analytical Conditions

使用岛津电感耦合等离子体质谱仪 ICPMS-2030 进行测定。表 2 为测定条件。

ICPMS-2030 不仅可进行高灵敏度分析,而且还配置氦气碰撞池,可以大幅度减少氩和氯等光谱干扰。

表 2 测定条件
Analytical Conditions

仪器	: ICPMS-2030
高频输出	: 1.2 kW
等离子体气流量	: 8.0 L/min
辅助气流量	: 1.10 L/min
载气流量	: 0.65 L/min
进样	: 雾化器,10
雾化室	: 旋流雾室(电子冷却)
等离子体炬管	: 微型炬管
碰撞气体	: He

■ 分析

Analysis

利用标准曲线法对砷、镉、汞和铅进行定量分析。

为验证分析值的有效性，在消解处理后添加待测元素标准溶液，制备加标回收试验样品，并使用相同方法进行定量分析。

■ 分析结果

Analytical Results

表 3 为 PDE（允许暴露量）、最大允许浓度和检测限；表 4 为分析结果和加标回收率。由表可知，回收率良好，可确定本次分析得到的结果有效。另外，还可知每日最大摄入量为 10 g 时的灵敏度也很高。

■ 总结

Conclusion

综上所述，使用 ICPMS-2030 可以对营养辅助食品中的砷、镉、汞和铅等重金属进行管理分析。

■ 参考资料

Reference

USP <2232> Elemental Contaminants in Dietary Supplements

表 3 美国 USP <2232> 中的金属杂质 PDE 值、最大允许浓度和检测限
PDE Levels, Maximum Permitted Concentrations, and Detection Limits for Elemental Impurities Specified in USP 2232

元素名称	As	Cd	Hg	Pb
允许暴露量 PDE (µg/day)	15	5	15	10
最大允许浓度 ^{*1} (µg/g)	1.5	0.5	1.5	1
测定溶液中最大允许浓度 ^{*2} (µg/L)	3	1	3	2
检测限 ^{*2} (µg/L)	0.009	0.003	0.003	0.001

*1: 每日最大摄入量为 10 g 时

*2: 预处理 0.2 g 样品并定容至 100 mL 时

表 4 营养辅助食品的分析结果（固体样品中浓度 µg/g）
Analytical Results for Supplements (concentration in solid sample, µg/g)

元素名称 样品名称	As	Cd	Hg	Pb
①	0.21	0.029	N.D.	0.035
②	0.08	0.018	N.D.	0.009
③	0.11	0.008	N.D.	0.037
④	0.29	0.071	N.D.	0.095
回收率(%)	97	98	92	101

N.D.: 未检测到

加标回收率 (%) = (加标回收试验样品分析值 - 分析值) × 100 / 添加浓度



岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；
* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日: 2016 年 8 月