

# ICP-MS 测定食品中锂、磷、硫及铷的含量

## ICPMS-206

**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质谱仪测定了食品样品中锂、磷、硫及铷 4 种元素的含量。实验结果表明：各元素的相关系数  $r > 0.999$ ，标准物质测试结果与标准值吻合。该方法分析速度快，灵敏度高，定量准确，可以准确分析食品中多元素的含量。

**关键词：**ICP-MS 食品 多元素

### 技术特点：

- ❖ 低氦气消耗条件下获得准确、稳定的定量分析结果；
- ❖ 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。电感耦合等离子体质谱仪不但可以检测复杂基体中微量元素的含量，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-MS 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》第一法明确规定了电感耦合等离子体质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锂、磷、硫和铷四种元素的测试要求。本文利用岛津 ICPMS-2030 系列，参考《食品中多元素的测定》征求意见稿测定了食品中 Li、P、S 及 Rb4 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 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪。

### 1.2 分析条件

ICP-MS 仪器分析条件见表 1 所示。

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	0.70 L/min	载气流速	0.70 L/min
雾化器	同心雾化器	雾化室	旋流雾室
雾化室温度	5°C	采样锥 / 截取锥	铜锥 / 镍锥
采样深度	5.0 mm	炬管类型	Mini 炬管
碰撞气体	He	碰撞气流速	6 mL/min
池电压	-21V	能量过滤器电压	7.0 V

### 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或超声水浴箱中，于 100 °C 加热 30 min 或超声脱气 2 min ~ 5 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% HNO<sub>3</sub> 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。标准曲线见图 1~ 图 4。

内标使用液：取适量内标单元素贮备液或内标多元素标准贮备液，用硝酸溶液（5+95）配制合适浓度的内标使用液；向内标溶液中加入适量异丙醇，最终混合后浓度约为 3%，以解决部分元素因有机物增敏的问题。

表 3 标准曲线溶液浓度系列

元素	内标	单位	STD0	STD1	STD2	STD3	STD4
<sup>7</sup> Li*	<sup>45</sup> Sc*	μg/L	0	1.00	10.0	20.0	30.0
<sup>31</sup> P*	<sup>45</sup> Sc*	mg/L	0	5.00	20.0	50.0	80.0
<sup>34</sup> S*	<sup>45</sup> Sc*	mg/L	0	10.0	50.0	100	200
<sup>87</sup> Rb	<sup>72</sup> Ge	μg/L	0	10.0	50.0	200	500

备注：\* 代表无碰撞模式

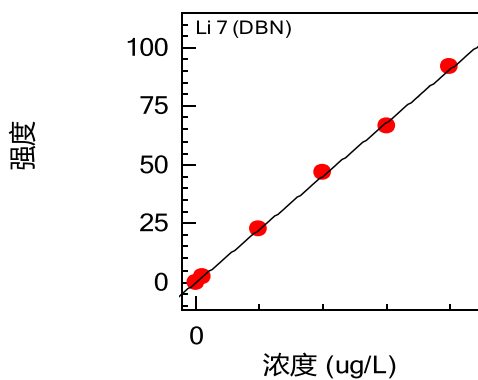


图 1 Li 元素标准曲线图 (r=0.9997)

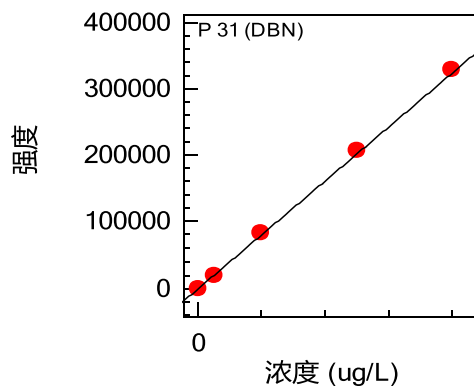


图 2 P 元素标准曲线 (r=0.9995)

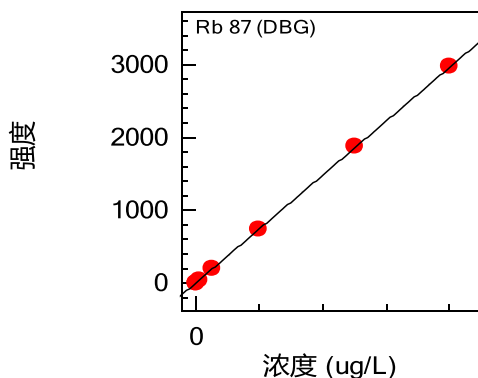


图 3 Rb 元素标准曲线图 (r=0.9997)

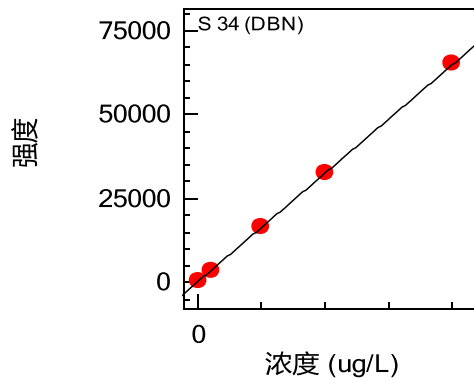


图 4 S 元素标准曲线 (r=0.9999)

## 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
<sup>7</sup> Li*	0.001	0.004	0.2	0.5
<sup>31</sup> P*	1.0	3.4	30	100
<sup>34</sup> S*	35.4	117.9	300	1000
<sup>87</sup> Rb	0.0008	0.0026	0.2	0.5

备注：\* 代表无碰撞模式

## 2.3 样品分析结果及准确度考察

使用 ICPMS-2030 系列测定标准物质 GBW10051 猪肝中 Li、P、S、Rb4 种元素含量，实验结果见表 4 所示。

表 5 GBW10051 猪肝分析结果

分析元素	内标元素	测试值 (mg/kg)	参考值 (mg/kg)	RSD/%, n=6
Li	<sup>45</sup> Sc	0.021	0.02	6.59
P	<sup>45</sup> Sc	11080	11400±600	1.61
S	<sup>45</sup> Sc	7826	8000±1200	1.96
Rb	<sup>72</sup> Ge	25.7	27±2	1.15

## ■ 结论

本文利用电感耦合等离子体质谱仪测定了标准物质 GBW10051 猪肝中 Li、P、S 和 Rb4 种元素含量。实验结果表明：各元素的相关系数  $r > 0.999$ ，标准物质测试结果与标准值吻合。该方法操作简单，灵敏度高，定量准确，可准确分析食品中 Li、P、S 和 Rb4 种元素的含量。

岛津应用云

