

# ICPMS-2050LF 测定食品中多种元素含量

## ICPMS-241

**摘要：**参考 GB 5009.268-2025《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》，通过微波消解对样品进行前处理，使用电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS) 测试了紫菜中多种元素含量。该方法操作简单，分析速度快，灵敏度高，可以对多元素含量进行同时测定。各元素加标回收率在 89.7%~108% 之间，回收率良好。加标样品的 RSD $\leq$ 3% (n=3)，测试结果稳定。

**关键词：**ICPMS-2050LF 食品 微波消解 多种元素

### 技术特点：

- ❖ 方法使用氦气碰撞来应对不同来源的质谱干扰，提升结果准确性；
- ❖ 方法线性范围宽，高低含量元素可同时测试。

元素含量是食品安全检测项目中的必查项目。食品中元素检测包含微量及痕量元素，含量水平差异较大，且食品基体中有机物含量较高，给准确检测元素含量带来更大的挑战。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 5009.268-2025《食品安全国家标准 食品中

多元素的测定》第一法电感耦合等离子体质谱法，较之原 GB 5009.268-2016《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》，增加了锂、磷、硫、铷元素的测定。本文通过微波消解对市售紫菜样品进行前处理，使用岛津 ICPMS-2050 LF 电感耦合等离子体质谱仪，标准曲线法测定了样品中锂、硼、钠、镁、铝、磷、硫、钾、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、硒、铷、锶、钼、镉、锑、钡、汞、铊、铅等多种元素的含量，为开展食品多元素项目检测的实验室提供参考。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 ICPMS-2050 LF 电感耦合等离子体质谱仪。

### 1.2 仪器参数

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	0.85 L/min
采样深度	5.0 mm	泵速	20 r/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
碰撞气体	He	碰撞气流速	6 mL/min
碰撞池电压	-21 V	碰撞能量过滤器电压	7.0 V

### 1.3 样品前处理

称取干燥后的固体样品 0.25 g (精确至 0.001 g) 于微波消解内罐中, 加入 6 mL 硝酸, 2 mL 双氧水加盖过夜预消解。旋紧罐盖, 参考表 2 升温程序进行消解。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, 于 100°C 加热 30 min, 加入金溶液稳定剂 (1000 mg/L 金标准溶液 10  $\mu$ L, 最终溶液中金元素浓度 200  $\mu$ g/L), 纯水定容至 50 mL, 混匀备用, 同时做空白试验, 根据样品待测元素含量, 适当稀释后测试。

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 标准曲线溶液配制

参考 GB 5009.268-2025《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》配制介质为 5% (V/V) HNO<sub>3</sub> 的混合系列标准溶液于 50 mL 容量瓶中, 各元素浓度见表 3。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 4。

表 3 标准曲线浓度表格

元素	浓度 ( $\mu$ g/L)						
	STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6	STD7
*K	0	1.0	5.0	10.0	20.0	50.0	100
*Na	0	1.0	5.0	10.0	20.0	50.0	100
*Ca	0	1.0	5.0	10.0	20.0	50.0	100
*Mg	0	1.0	5.0	10.0	20.0	50.0	100
*P	0	1.0	5.0	10.0	20.0	50.0	100
*S	0	1.0	5.0	10.0	20.0	50.0	100
*Mn	0	0.1	0.5	1.0	5.0	10.0	20.0
*Fe	0	0.1	0.5	1.0	5.0	10.0	20.0
*Al	0	0.1	0.5	1.0	5.0	10.0	20.0
As	0	0.1	0.5	1.0	5.0	10.0	50.0
Ba	0	0.1	0.5	1.0	5.0	10.0	20.0
B	0	1.0	2.0	5.0	10.0	20.0	50.0
Ti	0	1.0	2.0	5.0	10.0	20.0	50.0
Cd	0	0.1	0.5	1.0	5.0	10.0	20.0
Co	0	0.1	0.5	1.0	5.0	10.0	20.0

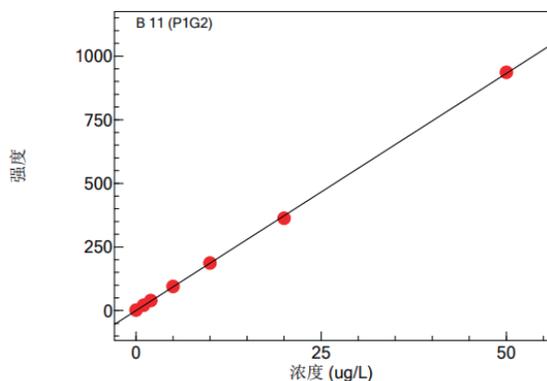
Cr	0	0.1	0.5	1.0	5.0	10.0	20.0
Cu	0	0.1	0.5	1.0	5.0	10.0	20.0
Li	0	0.1	0.5	1.0	5.0	10.0	20.0
Mo	0	1.0	2.0	5.0	10.0	20.0	50.0
Ni	0	0.1	0.5	1.0	5.0	10.0	20.0
Pb	0	0.1	0.5	1.0	5.0	10.0	20.0
Rb	0	0.1	0.5	1.0	5.0	10.0	20.0
Sb	0	0.1	0.2	0.5	1.0	2.0	--
Hg	0	0.1	0.2	0.5	1.0	2.0	--
Se	0	0.1	0.5	1.0	5.0	10.0	20.0
Sr	0	0.1	0.5	1.0	5.0	10.0	50.0
Tl	0	0.1	0.5	1.0	5.0	10.0	20.0
V	0	0.1	0.5	1.0	5.0	10.0	20.0
Zn	0	0.1	0.5	1.0	5.0	10.0	50.0

注：\* 元素的标准溶液浓度单位为 mg/L

内标元素为  $^{45}\text{Sc}$ 、 $^{72}\text{Ge}$ 、 $^{89}\text{Y}$ 、 $^{103}\text{Rh}$ 、 $^{185}\text{Re}$ ，采用内标组件在线添加。内标使用液：取适量内标单元素贮备液，用硝酸溶液（5+95）配制 500  $\mu\text{g/L}$  的内标使用液；向内标溶液中加入适量异丙醇，最终混合后浓度为 5%，以解决部分元素有机物增敏的问题。

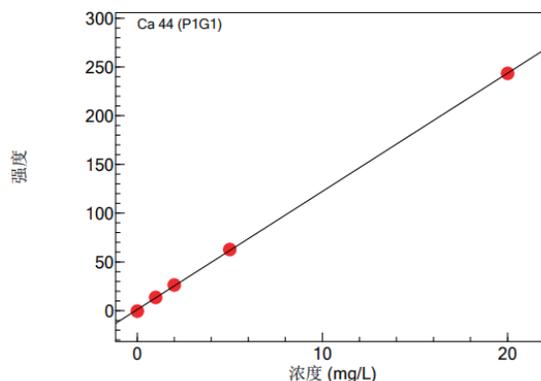
## 2.2 元素标准曲线

根据元素特性设定测定参数后即可开始测试校准样品和待测样品。部分元素校准曲线图见图 1~ 图 6，各元素线性相关系数  $r$  均大于 0.9999，线性良好。



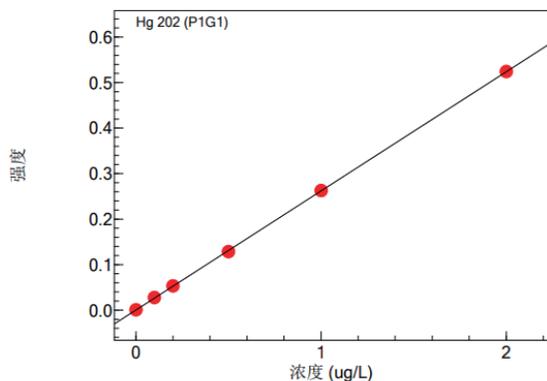
浓度 = 0.0536591 \* I - 0.0222078  
r = 0.99990 BEC = 0.0222078 (ug/L)

图 1 硼 B 元素标准曲线



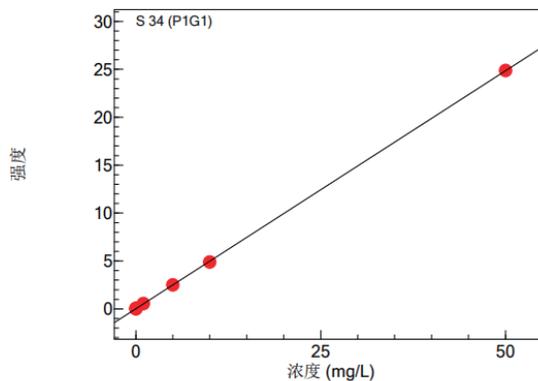
浓度 = 0.0824551 \* I - 0.0968019  
r = 0.99995 BEC = 0.0968019 (mg/L)

图 2 钙 Ca 元素标准曲线



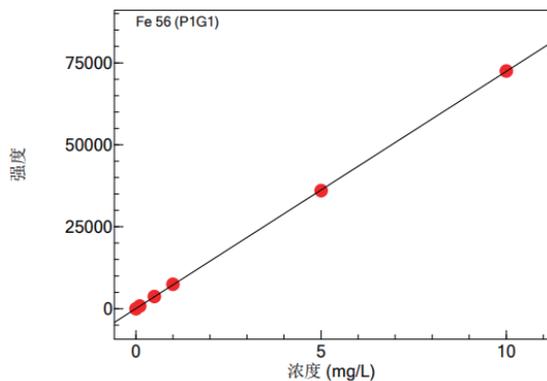
浓度 = 3.820058 \* I - 0.0017168  
 r = 0.99998 BEC = 0.0017168 (ug/L)

图3 汞 Hg 元素标准曲线



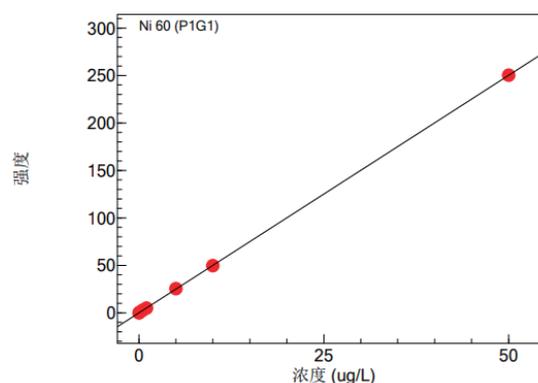
浓度 = 2.013477 \* I - 0.0543225  
 r = 0.99999 BEC = 0.0543225 (mg/L)

图4 硫 S 元素标准曲线



浓度 = 1.3820e-04 \* I - 0.0091604  
 r = 0.99999 BEC = 0.0091604 (mg/L)

图5 铁 Fe 元素标准曲线



浓度 = 0.1998218 \* I - 0.0174114  
 r = 1.00000 BEC = 0.0174114 (ug/L)

图6 镍 Ni 元素标准曲线

注：P1G2 条件为无碰撞模式，P1G1 条件为使用 He 碰撞模式分析。

表4 仪器检出限和方法检出限 (mg/kg)

元素	质量数	内标元素	仪器检出限	标准要求检出限	方法定量限	标准要求定量限
K	39	<sup>45</sup> Sc	0.46	1	1.5	3
Na	23	<sup>45</sup> Sc	0.78	1	2.4	3
Ca	44	<sup>45</sup> Sc	0.22	1	0.76	3
Mg	24	<sup>45</sup> Sc	0.02	1	0.06	3
P	31	<sup>45</sup> Sc	0.43	10	1.4	30
S	34	<sup>45</sup> Sc	28	100	93	300
*B	11	--	0.005	0.3	0.018	1
Ti	47	<sup>45</sup> Sc	0.01	0.02	0.03	0.05
Mo	95	<sup>115</sup> In	0.00007	0.01	0.0002	0.03
Fe	56	<sup>45</sup> Sc	0.004	1	0.01	3

Al	27	<sup>45</sup> Sc	0.4	0.5	1	2
As	75	<sup>72</sup> Ge	0.0008	0.01	0.002	0.03
Ba	138	<sup>103</sup> Rh	0.0008	0.02	0.002	0.05
Cd	111	<sup>103</sup> Rh	0.0004	0.002	0.001	0.005
Co	59	<sup>72</sup> Ge	0.00009	0.001	0.0003	0.003
Cr	52	<sup>72</sup> Ge	0.001	0.05	0.003	0.2
Cu	63	<sup>72</sup> Ge	0.0006	0.05	0.002	0.2
Li	7	<sup>45</sup> Sc	0.0001	0.2	0.0005	0.5
Mn	55	<sup>45</sup> Sc	0.0009	0.1	0.003	0.3
Ni	60	<sup>72</sup> Ge	0.001	0.2	0.004	0.5
Pb	208	<sup>185</sup> Re	0.001	0.02	0.003	0.05
Rb	85	<sup>89</sup> Y	0.0002	0.2	0.0008	0.5
Sb	121	<sup>185</sup> Re	0.002	0.01	0.006	0.03
Hg	202	<sup>185</sup> Re	0.0006	0.001	0.002	0.003
Se	78	<sup>72</sup> Ge	0.008	0.01	0.02	0.03
Sr	88	<sup>72</sup> Ge	0.001	0.2	0.004	0.5
Tl	205	<sup>185</sup> Re	0.00001	0.0001	0.00005	0.0003
V	51	<sup>72</sup> Ge	0.0003	0.002	0.001	0.005
Zn	66	<sup>72</sup> Ge	0.009	0.5	0.03	2

注：\* 表示无碰撞模式

### 2.3 样品测定结果及加标回收率

上机测定样品中多种元素含量，并进行加标回收试验，结果见表4及表5。加标回收率在89.7%~108%之间，回收率良好。加标样品的RSD≤3%，测试结果稳定。

表5 紫菜样品高含量元素测定结果及加标回收率

元素	测定结果 (mg/L)	稀释倍数	样品含量 (%)	加标浓度 (mg/L)	测定结果 (mg/L)	RSD (%, n=3)	回收率 (%)
K	24.1	10	4.8	10	33.7	0.29	96.0
Na	9.99	10	2.0	10	19.5	0.14	95.1
Ca	1.67	10	0.33	10	12.0	0.61	103
Mg	2.50	10	0.50	10	13.0	0.57	105
P	3.87	10	0.77	10	14.1	0.75	102
S	16.7	10	3.3	10	26.5	1.79	98.0
Fe	1.95	5	0.20	2	4.10	2.76	107
Al	3.58	5	0.36	2	5.73	1.47	107

表6 紫菜样品低含量元素测定结果及加标回收率

元素	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	稀释倍数	样品含量 ( $\text{mg/kg}$ )	加标浓度 ( $\mu\text{g/L}$ )	测定结果 ( $\mu\text{g/L}$ )	RSD (%, $n=3$ )	回收率 (%)
As	20.8	10	41.5	10	30.3	1.72	95.0
B	23.7	5	23.6	10	32.7	2.32	90.0
Ba	4.48	10	4.47	5	9.24	0.24	95.2
Cd	0.547	10	1.09	5	5.95	0.47	108
Co	0.424	10	0.846	5	5.24	0.59	96.3
Cr	1.07	10	2.13	5	6.09	0.10	100
Cu	7.73	10	15.4	10	16.7	0.89	89.7
Li	1.66	10	3.31	5	6.21	1.24	91.0
Mo	1.32	5	1.32	10	11.5	2.74	102
Mn	86.2	5	86.2	100	189	1.40	103
Ni	1.62	10	3.23	5	6.23	0.67	92.2
Pb	1.48	10	2.95	5	6.45	1.08	99.4
Rb	6.21	10	12.4	5	11.5	0.82	105
Sb	0.370	1	0.074	0.2	0.567	2.92	98.5
Hg	0.108	1	0.022	0.2	0.302	1.15	97.0
Se	0.667	10	1.33	5	5.87	2.43	104
Sr	17.6	10	35.1	10	28.3	1.02	107
Ti	46.5	5	46.4	10	56.1	1.04	96.0
Tl	0.032	10	0.063	5	5.05	1.23	100
V	2.20	10	4.39	5	7.54	0.55	107
Zn	21.6	10	43.1	10	31.0	0.60	94.0

注：1. 按照 GB 5009.268-2025《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》，当元素含量  $\geq 0.1 \text{ mg/kg}$  或  $\text{mg/L}$  时，计算结果保留三位有效数字，当元素含量  $< 0.1 \text{ mg/kg}$  或  $\text{mg/L}$  时，计算结果保留两位有效数字。

## ■ 结论

本文参考 GB 5009.268-2025《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》对紫菜进行前处理，使用岛津 ICPMS-2050 LF 电感耦合等离子体质谱仪测定了样品中多种元素含量。该方法操作简单，分析速度快，灵敏度高，可以对多元素含量进行同时测定。各元素加标回收率在 89.7%~108% 之间，回收率良好。加标样品的  $\text{RSD} \leq 3\%$ ，测试结果稳定。

岛津应用云

