

ICPMS-2050LF 测定保健品中 9 种矿物元素含量

ICPMS-236

摘要：参考《BJS201718 保健品中 9 种矿物元素含量的测定》通过微波消解对市售保健品样品进行前处理，使用电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）测试了保健中 9 种矿物元素含量。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 81.0~113.5% 之间，回收率良好。加标样品的 RSD≤2.64%，测试结果稳定

关键词：ICPMS-2050LF 保健品 微波消解 矿物元素

技术特点：

- ❖ 方法使用氦气碰撞和氢气反应模式应对不同来源的质谱干扰，提升结果准确性；
- ❖ 根据样品初步测试结果对样品进行适当倍数的稀释后准确测定，提升结果准确性。

饮食中的钙、镁、钾等矿物元素被称为微量营养素。尽管摄入量占比很低，但对于人体健康所起到的作用而言，是至关重要的。微量矿物元素在调节人体免疫系统、强健骨骼等方面发挥着重要作用。等近年来随着人们生活水平的不断提高，人们逐渐开始通过服用保健食品补充人体所需的营养素，如维生素、矿物质等。《BJS201718 保健品中 9 种矿物元素的测定》规定了保健食品中钠 (Na)、镁 (Mg)、钾 (K)、钙 (Ca)、锰 (Mn)、铁 (Fe)、铜 (Cu)、锌 (Zn)、

硒 (Se)，9 种矿物元素的电感耦合等离子体质谱法的测定方法。

本文参考《BJS201718 保健品中 9 种矿物元素含量的测定》通过微波消解对市售保健品样品进行前处理，使用岛津 ICPMS-2050 LF 电感耦合等离子体质谱仪，标准曲线法测定了不同保健品中矿物元素的含量，验证了岛津 ICP-MS 产品在保健品矿物元素测定中的适用性。

■ 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
反应气体	H ₂	反应气流速	7 mL/min
反应池电压	-21 V	反应能量过滤器电压	7.0 V

1.3 样品前处理

称取固体样品 0.3 g (精确至 0.001 g) 于微波消解内罐中, 加入 5 mL 硝酸, 2 mL 双氧水加盖预消解过夜, 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 150°C 加热赶酸剩约 1 mL, 转移至 50 mL 容量瓶中用超纯水定容至刻度, 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	3	保持	120
3	5	升温	160
4	3	保持	160
5	5	升温	180
6	20	保持	180

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线溶液配制

参考《BJS201718 保健品中 9 种矿物元素含量的测定》配制介质为 1% (V/V) HNO₃ 的混合系列标准溶液于 50 mL 容量瓶中, 各元素浓度如表 3 所示。

内标元素为 ⁴⁵Sc、⁷²Ge, 采用内标组件在线添加。

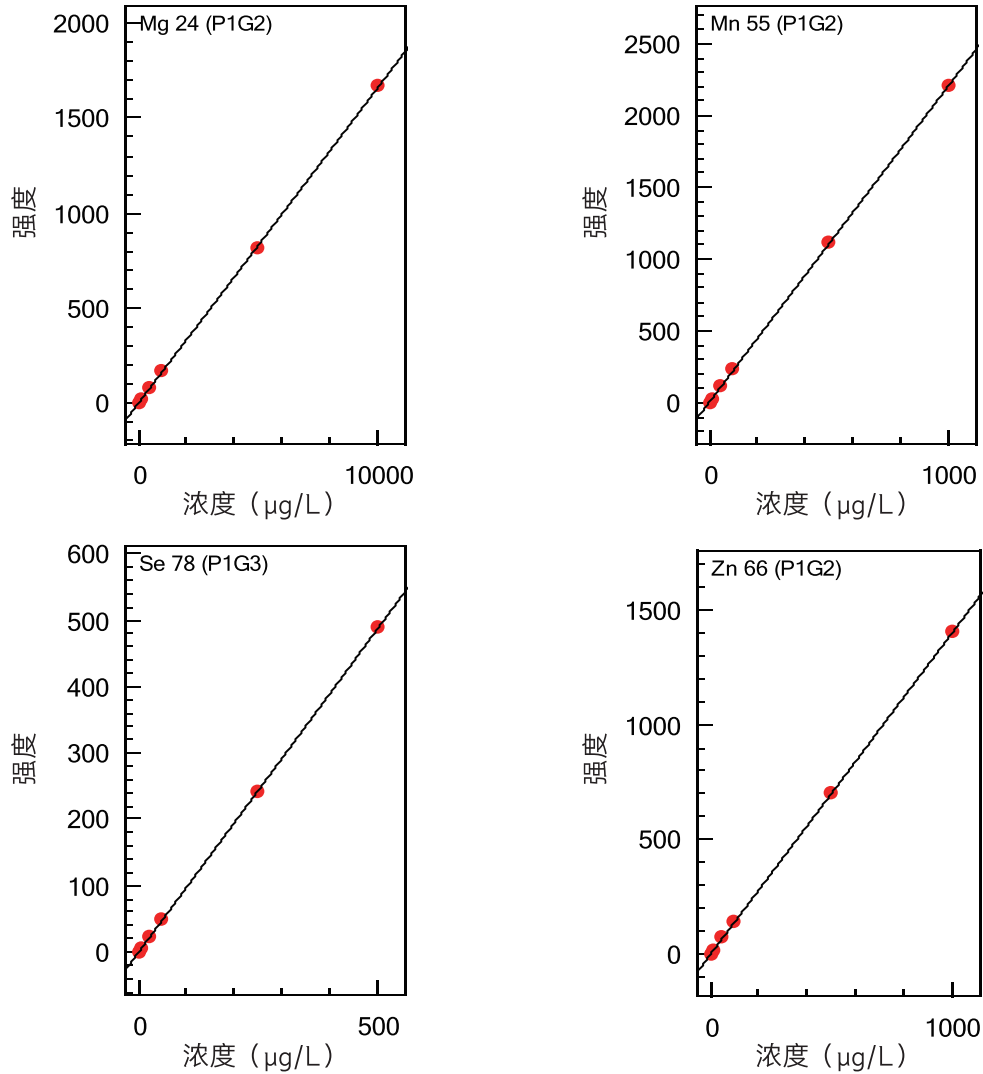
表 3 标准溶液浓度及分析质量数

元素	质量数 (amu)	校正内标	标准曲线浓度 (µg/L)					
			STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD5
Ca	44	⁴⁵ Sc	0	100	500	1000	5000	10000
Cu	63	⁴⁵ Sc	0	10.0	50.0	100	500	1000
Fe	56	⁴⁵ Sc	0	10.0	50.0	100	500	1000
K	39	⁴⁵ Sc	0	100	500	1000	5000	10000
Mg	24	⁴⁵ Sc	0	100	500	1000	5000	10000
Mn	55	⁴⁵ Sc	0	10.0	50.0	100	500	1000
Na	23	⁴⁵ Sc	0	100	500	1000	5000	10000
Se*	78	⁷² Ge*	0	5.00	25.0	50.0	250	500
Zn	66	⁴⁵ Sc	0	10.0	50.0	100	500	1000

注: Se 元素使用 H₂ 反应模式分析, 其余元素使用 He 碰撞模式分析。

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如下, 各元素线性相关系数 r 均大于 0.9997, 线性良好。



注：P1G3 条件为使用 H₂ 反应模式分析，P1G2 条件为使用 He 碰撞模式分析。

图 1 部分元素校准曲线图

2.3 样品测定结果及加标回收率

上机测定样品中 9 种矿物元素含量, 并进行加标回收试验, 结果见表 4- 表 5。加标回收率在 81.0 ~113.5% 之间, 回收率良好。加标样品的 RSD≤2.51%, 测试结果稳定。

表 4 市售某品牌钙片样品测定结果及加标回收率

元素	测定结果 (µg/L)	稀释倍数	样品含量 (mg/kg)	加标浓度	回收率 (%)	RSD (% , n=3)
Ca	2680	1000	4.46×10 ⁵	2000	107.5	1.38
Cu	0.772	1	0.13	20	85.6	0.92
Fe	56.8	1	9.44	20	90.2	0.89
K	210	1	34.9	200	113.5	1.29

Mg	992	10	1649	1	101.8	0.91
Mn	108	1	18.0	200	105.5	0.57
Na	146	1	24.3	200	85.5	2.51
Se	1.89	1	0.31	10	88.1	0.78
Zn	10.5	1	1.75	20	81.0	2.05

表5 市售某品牌维生素 C 咀嚼片样品测定结果及加标回收率

元素	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	样品含量 (mg/kg)	加标浓度	回收率 (%)	RSD (%, n=3)
Ca	76.6	12.3	200	92.2	0.61
Cu	0.209	0.03	20	92.4	0.22
Fe	9.41	1.56	20	111.4	0.27
K	91.4	15.2	200	89.3	0.29
Mg	2860	476	2	111	1.51
Mn	0.873	0.15	20	104.1	1.08
Na	143	23.8	200	103	0.85
Se	1.05	0.17	10	91.5	0.86
Zn	14.1	2.34	20	100.5	0.90

■ 结论

本文参考《BJS201718 保健品中 9 种矿物元素含量的测定》对市售不同类型的保健品进行前处理，并使用岛津 ICPMS-2050 LF 电感耦合等离子体质谱仪测定了样品中 9 种矿物元素含量。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 81.0~113.5% 之间，回收率良好。加标样品的 $\text{RSD} \leq 2.51\%$ ，测试结果稳定。验证了岛津 ICP-MS 产品在保健品中 9 种矿物元素测定中的适用性。

岛津应用云

