

ICP-MS 测定饮料中多元素含量

ICPMS-087

摘要： 建参考《GB 5009.268-2016 食品安全国家标准 食品中多元素的测定》标准，使用岛津 ICPMS-2030 测定了饮用水、矿泉水、碳酸饮料、果汁、咖啡等多种饮料中的金属元素。试验结果表明，该方法各元素检出限为 0.2~375 ng/L，加标回收率在 89.4~106% 之间，适用于饮料中的多元素快速分析。

关键词： ICP-MS 饮料 元素

随着社会发展和收入水平的提高，各种饮料消费量越来越大。《GB/T 10789-2015 饮料通则》中饮料指经过定量包装的，供直接饮用或按一定比例用水冲调或冲泡饮用的、乙醇含量（质量分数）不超过 0.5% 的制品，包括包装饮用水、饮用天然矿泉水、饮用纯净水、果蔬汁类及其饮料、蛋白饮料、碳酸饮料、风味饮料、茶饮料、咖啡类饮料、植物饮料、固体饮料等。随着人们健康意识的增强，人们逐渐开始选择健康的食品、饮品，除了常规的碳酸饮料、瓶装水，茶饮料、果蔬汁及功能饮料等蓬勃发展。

作为饮用水和食品类饮料，除了受《GB 2762-2017 食品安全国家标准 食品中污染物限量》、《GB 5749-

2006 生活饮用水卫生标准》控制重金属限值，还包括《GB 19298-2014 食品安全国家标准 包装饮用水》、《GB 8537-2018 食品安全国家标准 饮用天然矿泉水》、《GB 15266-2009 运动饮料》、《GB/T 10792-2008 碳酸饮料（汽水）》、《GB 12695-2016 食品安全国家标准 饮料生产卫生规范》等质量要求、生产规范，部分有益元素指标有界限要求。由于饮料是直接进入人体、能被快速吸收的食品，保证饮料的安全尤其重要。

ICP-MS 作为高灵敏度、多元素快速分析的无机质谱技术，是痕量、超痕量元素分析的主要手段。本文使用 ICP-MS 分析了饮用水、矿泉水、碳酸饮料、果蔬汁及咖啡等饮料中的元素含量。

实验部分

1.1 仪器

微波消解仪，ICPMS-2030 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 11。

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	同轴
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

1.3 样品前处理

矿泉水、饮用水等液体样品：加少量硝酸酸化后直接测试；

果蔬汁、咖啡等样品：准确称取适量样品于微波消解罐中，加入 5 mL HNO₃、2 mL H₂O₂，加盖后微波消解，升温程序见表 2。消解结束冷却后用少量水冲洗内盖，转移至 50 mL 离心管中，加入 1000 mg/L 金溶液 100 μL，纯水定容至 50 g。

表2 微波消解升温程序

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	20

结果与讨论

2.1 标准曲线和检出限

用 1% HNO_3 将多元素混合溶液稀释为 0、0.1、0.2、0.5、1、2、5、10、20、50、100、200、500 $\mu\text{g/L}$ 的标准序列；K、Na、Ca、Mg 为 0.5、1、2、5、10、20、50、100 mg/L ；Hg 为 0.1、0.2、0.5、1、2 $\mu\text{g/L}$ ；各元素标准曲线如图 1 所示。测定空白计算检出限 (DL)，检出限结果见表 3，各元素检出限为 0.2~375 ng/L 。

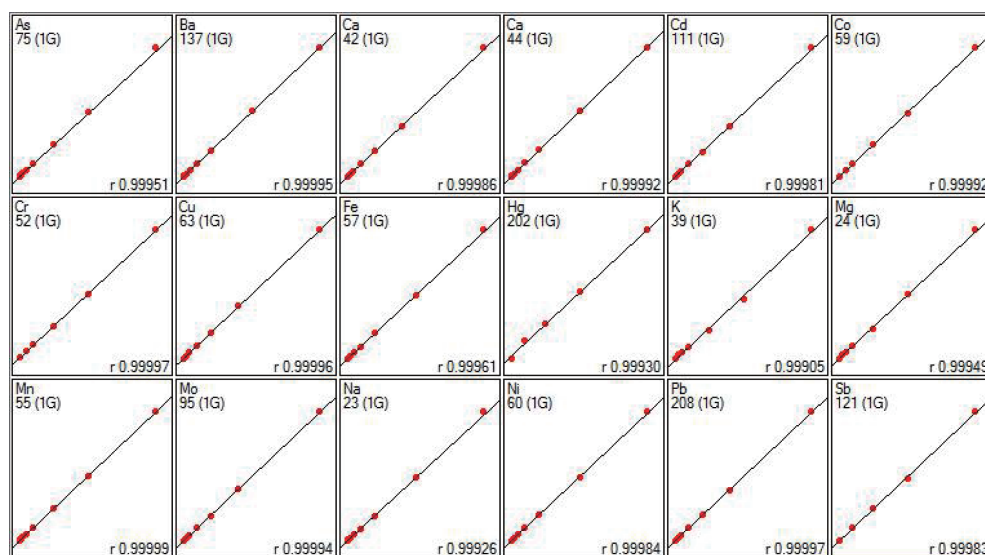


图1 部分元素标准曲线

表3 元素检出限

编号	元素	质量数	内标	相关系数	检出限 ($\mu\text{g/L}$)
1	As	75	^{72}Ge	0.9995	5.39E-03
2	Ba	137	^{115}In	1.0000	9.84E-03
3	Ca	42	^{45}Sc	0.9999	3.63E-02
4	Cd	111	^{115}In	0.9998	9.47E-04
5	Co	59	^{45}Sc	0.9999	1.32E-03
6	Cr	52	^{45}Sc	1.0000	2.02E-02
7	Cu	63	^{72}Ge	1.0000	6.07E-03
8	Fe	57	^{45}Sc	0.9996	3.57E-01
9	Hg	202	^{209}Bi	0.9993	1.03E-03
10	K	39	^{45}Sc	0.9991	1.82E-03
11	Mg	24	^{45}Sc	0.9995	2.97E-04
12	Mn	55	^{45}Sc	1.0000	2.33E-02
13	Mo	95	^{72}Ge	0.9999	1.35E-03
14	Na	23	^{45}Sc	0.9993	2.38E-02
15	Ni	60	^{72}Ge	0.9998	1.53E-02
16	Pb	208	^{209}Bi	1.0000	1.24E-03

17	Sb	121	¹¹⁵ In	0.9999	1.88E-02
18	Se	78	⁷² Ge	0.9996	5.11E-02
19	Sn	118	¹¹⁵ In	1.0000	7.07E-03
20	Sr	88	⁷² Ge	0.9997	3.75E-01
21	Tl	205	²⁰⁹ Bi	1.0000	1.66E-04
22	V	51	⁴⁵ Sc	1.0000	1.54E-03
23	Zn	66	⁷² Ge	0.9991	1.32E-01

2.2 样品结果及加标回收

取液体及固体饮料样品，按照前处理程序处理后进样测定，测定结果见表 5；加标回收结果见表 4，各元素加标回收率在 89.4~106% 之间。

表4 样品加标回收率

编号	元素	质量数	单位	BSS矿泉水	加标量	加标测定值	回收率 (%)
1	As	75	μg/L	1.72	1.0	2.69	97.0
2	Ba	137	μg/L	17.9	5.0	23.0	102
3	Ca	42	mg/L	13.2	10	22.5	93.0
4	Cd	111	μg/L	N.D.	1.0	0.946	94.6
5	Co	59	μg/L	0.016	1.0	0.910	89.4
6	Cr	52	μg/L	0.27	1.0	1.19	92.0
7	Cu	63	μg/L	0.03	1.0	0.961	93.1
8	Fe	57	μg/L	0.98	1.0	2.04	106
9	Hg	202	μg/L	N.D.	0.2	0.183	91.5
10	K	39	mg/L	1.78	10	11.10	93.2
11	Mg	24	mg/L	1.60	10	11.60	100
12	Mn	55	μg/L	N.D.	1.0	1.00	99.7
13	Mo	95	μg/L	0.51	1.0	1.50	99.0
14	Na	23	mg/L	4.37	10	13.40	90.3
15	Ni	60	μg/L	N.D.	1.0	0.952	95.2
16	Pb	208	μg/L	N.D.	1.0	1.06	106
17	Sb	121	μg/L	0.13	1.0	1.16	103
18	Se	78	μg/L	0.14	1.0	1.10	95.5
19	Sn	118	μg/L	0.06	1.0	1.09	103
20	Sr	88	μg/L	93.7	100	190	96.3
21	Tl	205	μg/L	0.008	1.0	1.04	103
22	V	51	μg/L	0.19	1.0	1.12	93.0
23	Zn	66	μg/L	N.D.	1.0	0.956	95.6

表5 饮料样品测试结果 (平均值±SD)

元素	质量数	BSS矿泉水 (µg/L)	YB纯净水 (µg/L)	NF天然饮用水 (µg/L)	饮用水 (µg/L)	XB碳酸饮料 (µg/L)	GLC果汁 (mg/kg)	咖啡 (mg/kg)
As	75	1.72±0.02	N.D.	0.28±0.004	9.22±0.03	0.59±0.002	N.D.	N.D.
Ba	137	17.9±0.2	N.D.	1.90±0.03	58.8±0.4	1.61±0.01	0.045±0.001	0.36±0.01
Ca*	42	13.2±0.2	0.13±0.08	5.92±0.06	16.2±0.2	1.09±0.02	20.6±0.25	400±0.01
Cd	111	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
Co	59	0.016	N.D.	0.007	0.008	0.014	0.001	0.091
Cr	52	0.27±0.01	N.D.	0.15±0.002	N.D.	0.59±0.01	N.D.	0.02
Cu	63	0.03	N.D.	0.02	3.42±0.14	N.D.	0.05±0.002	0.13±0.002
Fe	57	0.98±0.1	N.D.	N.D.	11.1	9.05±0.04	0.20±0.02	5.50±0.06
Hg	202	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
K*	39	1.78±0.03	0.11±0.01	1.85±0.01	0.73±0.001	0.73	199±0.5	7475±45
Mg*	24	1.60±0.01	N.D.	2.37±0.01	3.63±0.04	0.38±0.01	14.0±0.05	311±3
Mn	55	N.D.	N.D.	N.D.	20.8±0.1	0.27±0.002	0.05±0.003	1.22±0.005
Mo	95	0.51±0.01	0.06±0.01	0.89±0.02	7.62±0.03	0.39	N.D.	0.03
Na*	23	4.37±0.07	0.77±0.02	4.36±0.05	113±0.5	109±1	117±0.5	3940±10
Ni	60	N.D.	N.D.	N.D.	0.26±0.02	1.34±0.01	0.006	0.69±0.01
Pb	208	N.D.	N.D.	N.D.	0.028±0.001	0.005	0.002	0.01
Sb	121	0.13±0.01	0.13±0.01	0.16±0.02	N.D.	0.52±0.01	N.D.	N.D.
Se	78	0.14	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.02
Sn	118	0.06±0.01	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.008	0.02
Sr	88	93.7±0.6	N.D.	37.7±0.2	244±4	4.49±0.1	0.13±0.003	1.23±0.01
Tl	205	0.008	N.D.	0.005	0.005	0.003	N.D.	0.001
V	51	0.19±0.004	0.009±0.001	2.20±0.03	0.043±0.002	3.86±0.03	0.001	0.009
Zn	66	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.	0.08	0.93±0.004

备注: *——单位为mg/L; N.D. ——未检出。

结论

参考食品安全国家标准《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 测定了纯净水、矿泉水、饮用天然水、碳酸饮料、果汁、咖啡等不同饮料中的重金属元素。该方法灵敏度高，适用于饮料中多元素的同时、快速测定。