

ICP-MS 测定可食用藻类植物紫菜中碘元素含量

ICPMS-046

摘要：参考出入境检验检疫标准《SN/T 3154-2012 出口藻类植物中碘含量的测定电感耦合等离子体质谱法》，利用电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS) 测定了可食用藻类植物紫菜中碘元素含量。样品用质量分数 0.25% 的四甲基氢氧化铵 (TMAH) 溶液在密闭玻璃瓶中于 90℃ 条件下提取 3h，10℃ 低温 3000 r/min 离心 10 min，0.25% TMAH 稀释至适当浓度后 0.45 μm 滤膜过滤，以碲 (130 Te) 为内标进行测试。分析结果表明，在碘浓度 1~50 μg/L 范围内，相关线性 r 为 0.9997，方法检出限 0.09 mg/kg，紫菜标准物质 (GSB-14) 测定结果与标准值一致。

关键词：ICP-MS 藻类植物 紫菜 碘

碘 (I) 是人体必需的微量元素，对人体生长发育、新陈代谢有重要影响，缺碘或者碘过量均会对人体造成危害。碘通常以游离的元素碘、碘化物、碘酸盐、甲基碘及其他有机碘等多种形式存在。藻类植物能富集海洋中的碘，紫菜、海带等可食用藻类植物中碘含量高。

由于碘形态多样、易挥发，处理过程易损失或引入

污染。目前碘的前处理方法主要有水提法、碱灰化法、酸消解法和碱提取法等，分析方法有碘量法、离子色谱法、氧化还原电极法、砷铈催化分光光度法、气相色谱法、离子选择电极法等。电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS) 具有灵敏度高、线性范围广等特点，适用于藻类植物中碘含量的快速检测。

实验部分

1.1 对照品

水质碘 (I) 标准溶液，浓度 1000mg/L；碲 (Te) 标准溶液，浓度 1000 mg/L。

1.2 实验检材

紫菜成分分析标准物质 (GBW10023，中国地质科学院地球物理地球化学勘查研究所)。

1.3 仪器

岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪。

1.4 试剂

25% 四甲基氢氧化铵 (TMAH)。

结果与讨论

2.1 对照品溶液配制

用 0.25% TMAH 将碘溶液稀释为 0、1、5、10、20、50 μg/L 的标准序列。

2.2 样品的处理方法

准确称取 0.1 g 紫菜样品于 20 mL 顶空进样小瓶中，加入 5 mL 水将粉末冲散开，防止结块，然后加入 1 mL 0.25% 四甲基氢氧化铵 (TMAH) 溶液，涡旋混匀，超声去除泡沫，将样品瓶密封好置于 90℃ 烘箱中提取，3 h 后取出冷却至室温，转移至 50 mL 瓶中，用水定容至 50 g，涡旋混匀后静置澄清。取适量上清液至离心管中，10℃ 低温条件下 3000 r/min 离心 10 min，用 0.25% TMAH 稀释上清液 10 倍后，0.45 μm 滤膜过滤后待测。同时相同步骤做加标回收，并做空白试验。

2.3 质谱条件

ICP-MS 分析条件

高频功率：1.20 kW

辅助气流速：1.10 L/min

炬管类型：Mini 炬管

雾化室：旋流

采样深度：5.0 mm

等离子体气流速：8.0 L/min

载气流速：0.70 L/min

雾化器类型：同轴

雾化室温度：5°C

高频频率：27.12 MHz

2.4 结果与讨论

2.4.1 标准曲线和质谱峰轮廓图

以 0.25%TMAH 将碘溶液稀释为 0、1、5、10、20、50 $\mu\text{g/L}$ 的标准序列，碲 (^{130}Te) 为内标。碘标准曲线及谱峰轮廓分别见图 1、图 2，线性相关系数 $r=0.9997$ 。

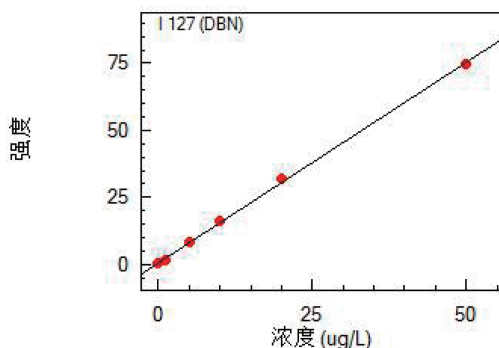


图1 碘 (I) 校准曲线

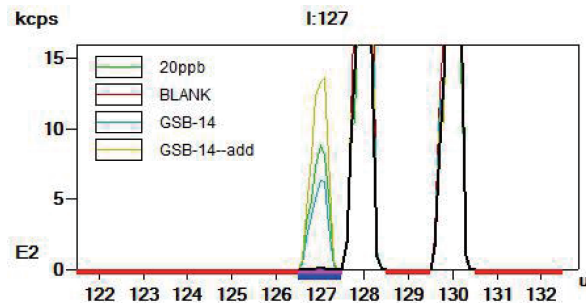


图2 碘 (I) 谱峰轮廓图

2.4.2 检出限

分别以 0.25%TMAH 溶液和方法空白溶液连续测定 11 次，计算仪器检出限和方法检出限，仪器和方法检出限分别为 $0.02\mu\text{g/L}$ 和 $0.18\mu\text{g/L}$ 。以称样量 0.1 g 定容到 50 g 计算，得到该方法的检出限为 0.09 mg/kg ，定量下限为 0.3mg/kg 。

2.4.3 方法精密度

对前处理后的紫菜样品连续 6 次测定，计算方法精密度，相对标准偏差 (RSD) 为 0.65%，详细结果见表 2。

表2 方法精密度测试结果

编号	测定值 ($\mu\text{g/L}$)	平均值 ($\mu\text{g/L}$)	RSD (%)
1	14.9		
2	15.0		
3	15.0		
4	15.2	15.0	0.65
5	15.0		
6	15.0		

2.4.4 方法准确性

取三份紫菜成分分析标准物质 (GSB-14), 按照前处理程序处理后 ICP-MS 测定, 测定结果见表 3, 测定平均值为 74.2 mg/kg, 相对标准偏差 (RSD) 为 2.6%, 结果与标准值一致 (79±8 mg/kg)。加标回收试验结果见表 4, 回收率为 91.3%, 回收率良好。

表3 紫菜标准物质 (GSB-14) 测定结果

紫菜样品	测定值 ($\mu\text{g/L}$)	RSD (%)	稀释 倍数	测定结果 (mg/kg)	平均值 (mg/kg)	RSD (%)	标准值与不确定度 (mg/kg)
GSB-14-1	15.0	0.36	10	75.0			
GSB-14-2	15.1	0.95	10	75.5	74.2	2.6	79±8
GSB-14-3	14.4	0.52	10	72.0			

表4 紫菜加标回收试验结果

元素	样品测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	加标测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	加标回收率 (%)
碘	148.4	200	331	91.3

结论

参考出入境检验检疫标准《SN/T 3154-2012 出口藻类植物中碘含量的测定电感耦合等离子体质谱法》, 使用岛津 ICPMS-2030 型电感耦合等离子体质谱仪测定了可食用藻类植物紫菜中碘元素含量。该方法灵敏度高, 方法检出限 0.09 mg/kg, 适用于可食用藻类植物中碘含量的分析测定。