

ICPMS-2030 测定牛肉粉中多种金属元素的含量

ICPMS-033

摘要：参考 GB5009.268-2016《食品安全国家标准食品中多元素的测定》标准，采用微波消解样品前处理方法，使用岛津 ICPMS-2030 型电感耦合等离子体质谱仪测定了牛肉粉中的 K、Na、Mg、Fe、Mn、Zn 和 Cu 等 7 种金属元素含量。实验结果表明，该方法具有灵敏度高，检出限低 (0.015~2.16 $\mu\text{g/g}$)，精密度高 ($\text{RSD}\leq 3.2\%$)，分析速度快，操作简单，实验结果与标准值吻合，该方法可适于食品样品中的微量金属元素测定。

关键词：食品 牛肉 ICPMS-2030 金属元素

食品里天然存在的多种营养元素中，与人类生命活动紧密相关的有 25 种，其中钾、钠、镁、铁、锌、铜、锰等微量元素与人类的生存和健康密切相关。适当的微量元素能维持人们的正常生理功能，其含量多少影响到人的发育、智力、精神状况，摄入过量、不足、不平衡或缺乏都会不同程度地引起人体生理的异常，这些微量营养元素在抵抗疾病方面也起着非常重要的作用。

用于食品中元素含量分析的技术主要有火焰原子吸收光谱 (FAAS)、电感耦合等离子体发射光谱 (ICP-

OES) 和电感耦合等离子体质谱 (ICP-MS)。ICP-MS 具有灵敏度高、抗干扰能力强、线性范围宽、可同时进行多元素分析等优点，在元素分析领域的应用进展迅速。本文 GB5009.268-2016 标准，采用微波消解样品，ICP-MS 同时测定牛肉粉中的 K、Na、Mg、Fe、Mn、Zn 和 Cu 等 7 种金属元素含量，以牛肉粉标准参考物质 (GBW(E)100197) 考察方法的准确度、精密度，该方法可适于食品样品中的微量金属元素测定。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿分别为塑料或玻璃材质，使用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO_3 为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

称取 0.2 g (精确至 0.0001g) 试样于聚四氟乙烯微波消解罐中，加入 6 mL HNO_3 ，盖上消解罐盖，放入微波消解仪中按照表 1 程序消解。消解结束后冷却至室温，打开密闭消解罐，转移至 50 mL 烧杯中置于电热板上加热赶酸，待完成后，使用去离子定容至 25 mL 容量瓶中，同时加入内标元素。同法制作样品空白。

表1 微波消解程序

阶段	升温时间/min	温度/ $^{\circ}\text{C}$	保持时间/min
1	10	120	10
2	10	180	30

1.4 仪器参数

等离子体参数:

高频功率: 1.2 kW

辅助气流速: 1.1 L/min

炬管类型: Mini

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: 0.7 L/min

雾化器类型: 同心

雾室温度: 5°C

高频频率: 27.12 MHz

碰撞池参数:

碰撞气种类: He

池电压: -21 V

碰撞气流速: 6.0 mL/min

能量过滤器电压: 7.0 V

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线溶液配制

使用 20% HNO₃ 配制 Cu、Fe、K、Mg、Mn、Na 和 Zn 的标准曲线溶液，配制浓度如表 2 所示。内标溶液为 ⁷²Ge 及 ⁴⁵Sc，浓度为 200 μg/L，内标采用在线加标。

表2 标准溶液浓度及分析质量数

元素	质量数 (amu)	标准曲线浓度(μg/L)					
		STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Cu	65	0.00	5.00	20.0	50.0	200	500
Fe	56	0.00	50.0	200	500	2000	5000
K	39	0.00	50.0	200	500	2000	5000
Mg	24	0.00	50.0	200	500	2000	5000
Mn	55	0.00	5.00	20.0	50.0	200	500
Na	23	0.00	50.0	200	500	2000	5000
Zn	66	0.00	5.00	20.0	50.0	200	500

2.2 元素标准曲线如下:

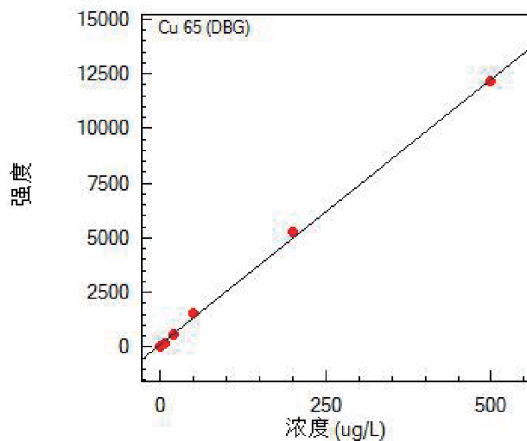


图1 Cu元素的标准曲线 r=0.9993

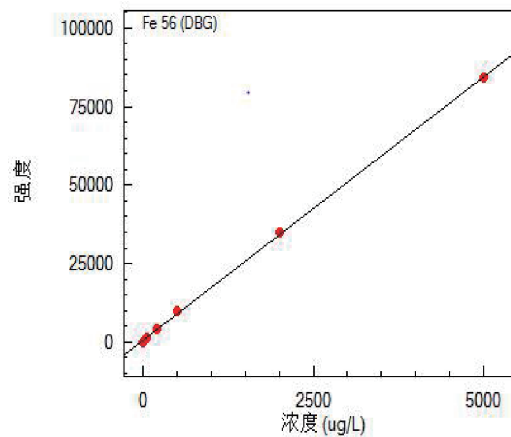


图2 Fe元素的标准曲线 r=0.9999

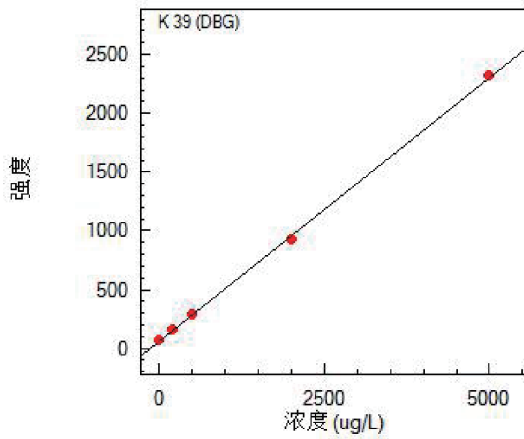


图3 K元素的标准曲线 $r=0.9999$

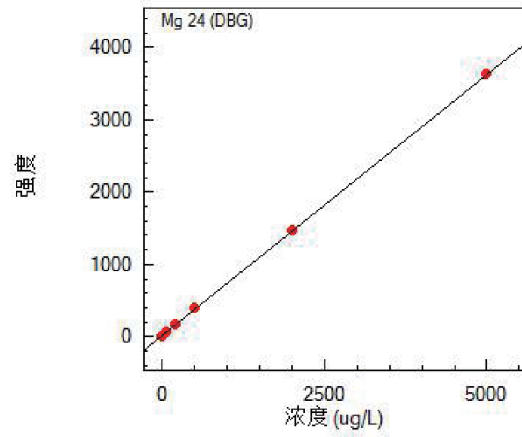


图4 Mg元素的标准曲线 $r=1.0000$

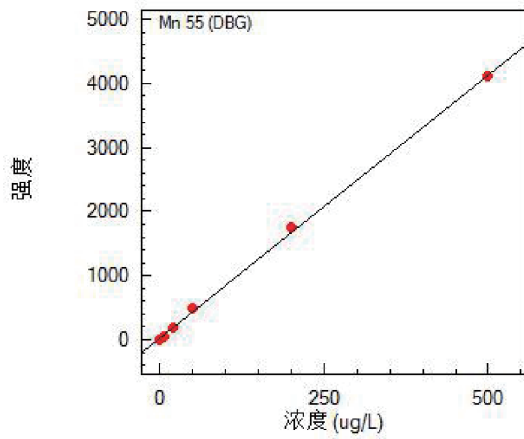


图5 Mn元素的标准曲线 $r=0.9999$

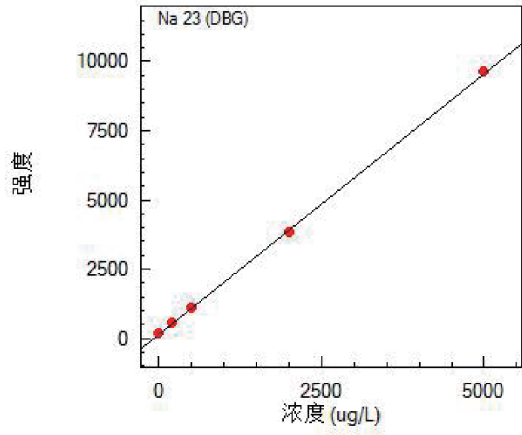


图6 Na元素的标准曲线 $r=0.9999$

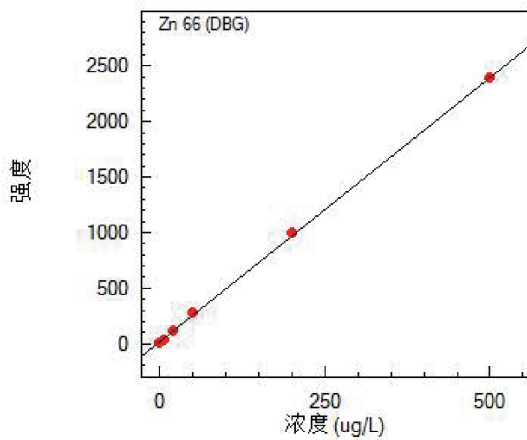


图7 Zn元素的标准曲线 $r=0.9998$

2.3 部分元素质量轮廓图

析存在着同量异位素干扰、多原子离子干扰、难熔氧化物干扰、双电荷离子干扰和基体干扰等多种类型的干扰因素。ICPMS-2030 的八极杆碰撞池通过引入氦气碰撞，可以有效地消除干扰多原子离子干扰、难熔氧化物干扰和双电荷离子干扰等。当分析结果异常，需要经验去识别甄别时，岛津 LabSolutions ICPMS 软件具有独特的“诊断助手”功能，可根据各元素的质量灵敏度、等效背景浓度、干扰情况等因素综合判断，对结果做出“Best”，“Good”和“NG”的判断，并给出相应的诊断依据，可大大提高分析效率并保证分析结果的准确性。

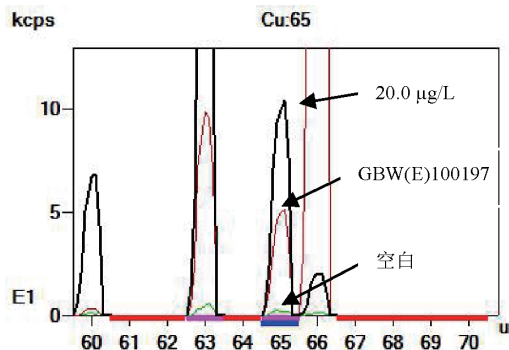


图8 Cu元素质量轮廓图

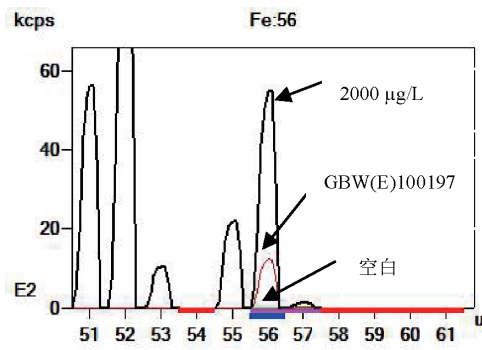


图9 Fe元素质量轮廓图

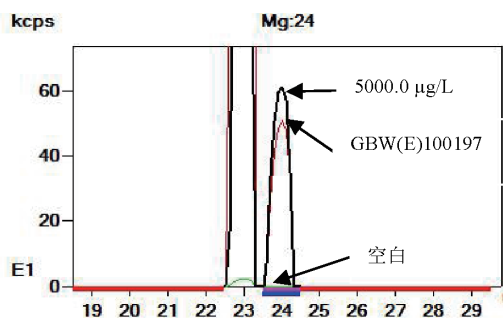


图10 Mg元素质量轮廓图

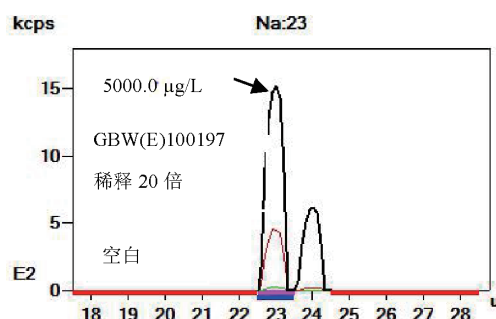


图11 Na元素质量轮廓图

2.4 样品分析结果及检出限

使用 ICPMS-2030 测定牛肉粉标准参考物质 (GBW(E)100197) 中的 K、Na、Mg、Fe、Mn、Zn 和 Cu 等 7 种金属元素含量。对样品空白的分析元素进行 11 次测定，计算各元素的方法检出限。实验结果见表 3。

表3 牛肉粉 GBW(E)100197分析结果

元素	校正内标	检出限 (mg/kg)	标准值 (mg/kg)	测定结果 (mg/kg)	RSD(%) (n=3)
Cu	⁷² Ge	0.0175	1.6±0.2	1.66	0.96
Fe	⁴⁵ Sc	0.0075	55.5±2.5	56.4	0.95
K	⁴⁵ Sc	2.1613	8320±260	8.42	3.15
Mg	⁴⁵ Sc	0.1088	628±15	630	1.02
Mn	⁴⁵ Sc	0.0015	0.48±0.05	0.50	0.38
Na	⁴⁵ Sc	0.6500	4710±220	4.74	1.68
Zn	⁷² Ge	0.0015	119±4	120	3.14

注：“±”后的数据为不确定度，括号内的数值为参考值

■ 结论

使用岛津公司新品 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪测定牛肉粉标准参考物质 (GBW(E)100197) 中的 K、Na、Mg、Fe、Mn、Zn 及 Cu 等 7 种金属元素含量, 分析结果与标准值吻合。该方法具有灵敏度高, 检出限低 (0.015~2.16 mg/kg), 精密度高 ($RSD \leq 3.2\%$), 分析速度快, 操作简单, 可行度高等特点, 线性范围宽。表明岛津 ICPMS-2030 不仅适用于痕量元素的测定, 还适用于宏量元素和微量元素的测定。该方法可适于食品样品中的微量金属元素测定。