

# ICPMS-2030 测定奶粉中多元素的含量

## ICPMS-028

**摘要：**参考标准 GB 5009.268-2016 《食品安全国家标准食品中多元素的测定》，采用微波消解法消解奶粉样品，使用岛津 ICPMS-2030 型电感耦合等离子体质谱仪测定了奶粉中多元素的含量。结果表明，多元素方法检出限在 0.0005~4 mg/kg，使用标准物质进行验证，测定值与标准值吻合；样品测定精密度 (RSD, n=6) 小于 4%。该方法操作简单快速，精密度和准确度高，可同时测定食品中常量、微量和痕量元素的含量，满足食品中多元素分析的测定要求。

**关键词：**奶粉 多元素 微波消解法 ICPMS-2030

食品中的元素主要分 2 类，一类为必需元素，如 K、Na、Ca、Mg、Fe、Zn、Cu 等常量微量元素，这些必需元素如果过量也会对人体造成毒害。二类为有毒元素，如 Pb、Cd、As、Cr 等痕量元素。测定食品中常量微量元素，对评价食品的营养价值、开发、强化食品具有重要意义，有利于食品加工工艺的改进和食品质量的提高。测定食品中的重金属元素，可以了解食品被污染的情况，以便采取相应措施，查清和控制污染源，保证食品的安全和食用者的健康。

以往单个元素的测定方法标准已难以应对食品多元

素检测的日常工作要求，2017 年 6 月 18 日执行了 GB 5009.268-2016 《食品安全国家标准食品中多元素的测定》标准，标准规定了电感耦合等离子体质谱 (ICP-MS) 法的分析方法，该法可以实现常量、微量和痕量元素同时测定，且具备线性范围宽、测试速度快、准确度高等优点。

本文参考 GB 5009.268-2016 《食品安全国家标准食品中多元素的测定》标准，采用微波消解法消解奶粉样品，使用岛津 ICPMS-2030 型电感耦合等离子体质谱仪测定了奶粉中样品中常量、微量和痕量元素的含量。

## 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；实验用硝酸为优级纯硝酸；实验用水为超纯去离子水。

### 1.3 样品处理

参考 GB/T5009.268-2016，准确称取约 0.2 g 样品，精确至 0.001 g。置于聚四氟乙烯消解罐中，加入 5 mL 硝酸，静置 1 h 后放入微波消解仪中设置升温程序进行消解，消解完成后冷却至室温取出，缓慢开罐排气，用少量水冲洗内盖，并将消解罐置于电热板上低温加热 30 min，用纯水定容至 50 mL，混匀。定容样品溶液稀释 10 倍后进行常量元素测定。同法做空白实验。

### 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

矩管类型：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℃

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 5% 硝酸配制不同浓度的混合标准溶液，标准溶液浓度见表 1。使用在线内标组件，内标元素为 Sc、Ge、Re 和 Rh，Sc 和 Ge 浓度为 1000 ppb，Re 和 Rh 浓度为 100 ppb。

表1 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	STD7	STD8	STD9
Ca	44	0	--	--	--	200	2000	--	--	10000
Cd	111	0	0.1	1	10	--	--	--	--	--
Cu	63	0	0.1	1	10	100	--	--	--	--
Fe	56	0	0.1	1	10	100	1000	--	--	--
K	39	0	--	--	--	100	1000	5000	10000	--
Mg	24	0	--	--	--	100	1000	5000	--	--
Mn	55	0	0.1	1	10	100	--	--	--	--
Na	23	0	--	--	--	100	1000	5000	10000	--
Zn	66	0	0.1	1	10	100	1000	--	--	--

注：为使用氦气碰撞模式

### 2.2 元素标准曲线如下：

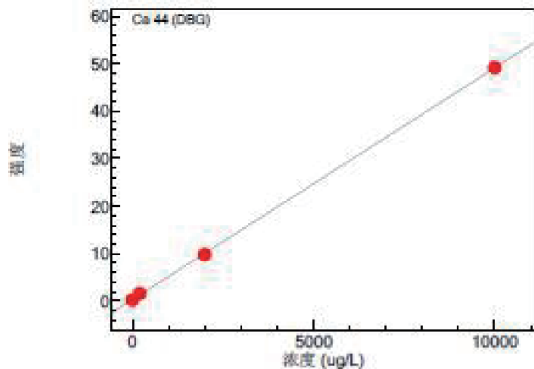


图1 Ca元素的标准曲线  $r=0.99994$

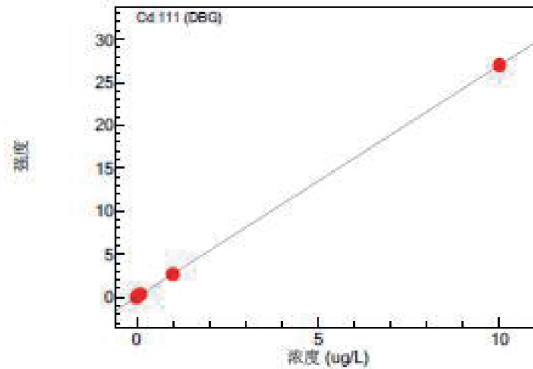


图2 Cd元素的标准曲线  $r=1.0000$

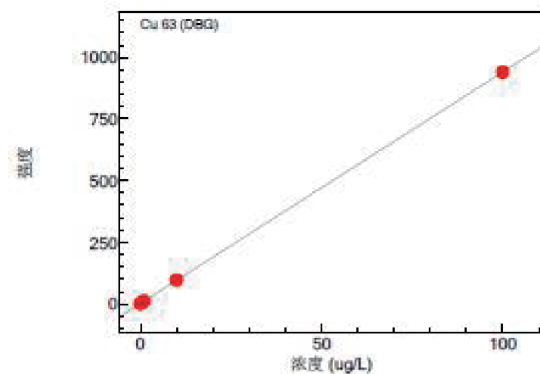


图3 Cu元素的标准曲线  $r=1.0000$

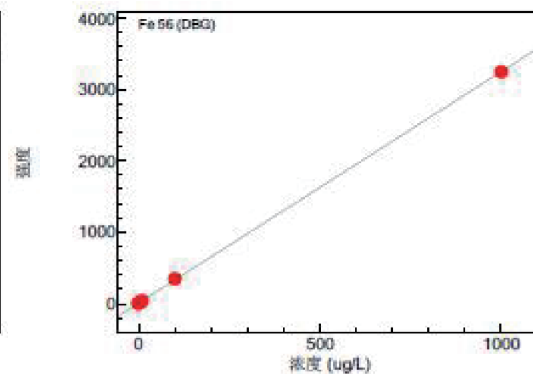


图4 Fe元素的标准曲线  $r=0.99998$

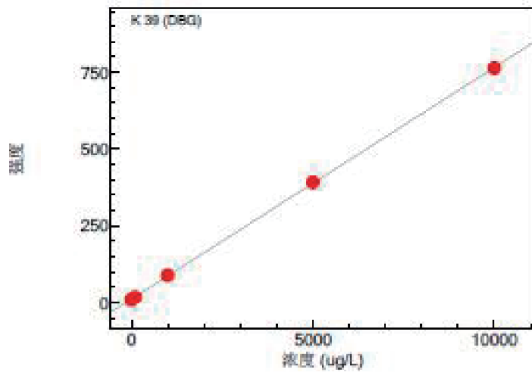


图5 K元素的标准曲线  $r=0.99997$

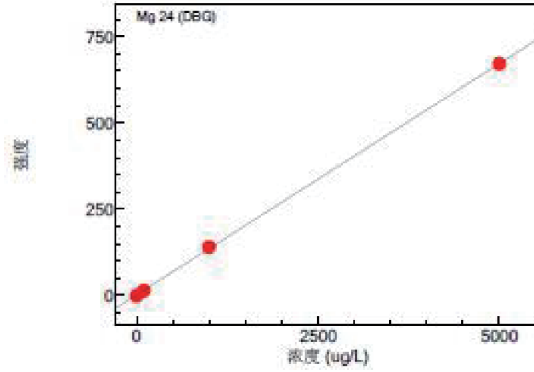


图6 Mg元素的标准曲线  $r=0.99999$

### 2.3 碰撞池技术及元素质量轮廓图

ICP-MS 分析中，由于多原子离子形成的谱线干扰，造成灵敏度下降以及测定值产生误差。食品分析中具有代表性的干扰包括： $^{40}\text{Ar}^{16}\text{O}$  对  $^{56}\text{Fe}$  的干扰， $^{40}\text{Ar}^{23}\text{Na}$  对  $^{63}\text{Cu}$  的干扰， $^{40}\text{Ar}^{24}\text{Mg}$  对  $^{66}\text{Zn}$  的干扰等，针对这些干扰，ICPMS-2030 的六极杆碰撞池通过引入氦气碰撞，可以有效地消除多原子离子干扰。下图为元素的质谱峰轮廓图。

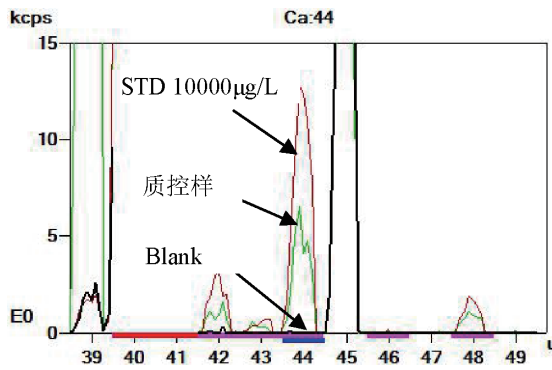


图7 Ca的谱峰轮廓图

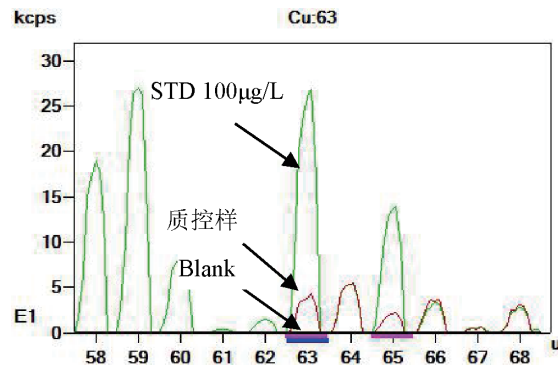


图8 Cu的谱峰轮廓图

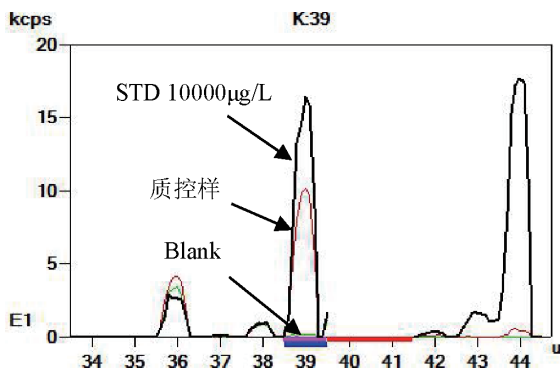


图9 K的谱峰轮廓图

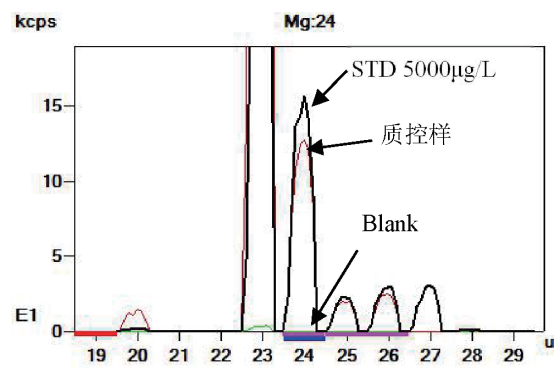


图10 Mg的谱峰轮廓图

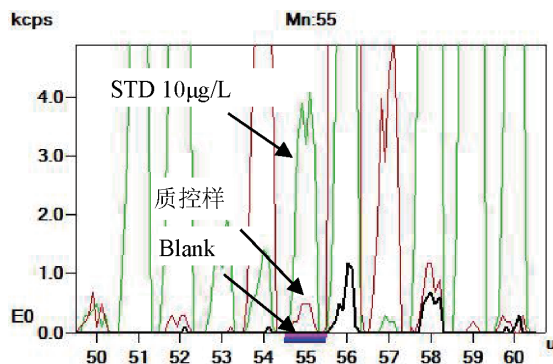


图11 Mn的谱峰轮廓图

## 2.4 方法检出限

按照实验方法对标准曲线空白的分析元素进行 11 次测定，以结果的 3 倍标准偏差所对应的浓度值作为仪器检出限，并根据样品处理方法计算方法检出限和方法定量限，结果列于表 2。

表2 方法检出限

元素	仪器检出限 (µg/L)	方法检出限 (mg/kg)	GB 5009.268-2016 检出限 (mg/kg)	方法定量限 (mg/kg)
<sup>44</sup> Ca	3	0.8	1	2
<sup>111</sup> Cd	0.002	0.0005	0.002	0.001
<sup>63</sup> Cu	0.04	0.01	0.05	0.03
<sup>56</sup> Fe	0.09	0.02	1	0.07
<sup>39</sup> K	3	0.8	1	2
<sup>24</sup> Mg	0.2	0.05	1	0.2
<sup>55</sup> Mn	0.04	0.009	0.1	0.03
<sup>23</sup> Na	4	1	1	3
<sup>66</sup> Zn	0.3	0.07	0.5	0.2

## 2.5 方法准确性

按照实验方法，测定奶粉标准物质 ERM-BD151。分析结果表明，样品测定值与标准值吻合，6 次测定的标准偏差绝大部分小于 4%。该法的精密度和准确度较高。

表3 ERM-BD151质控样品的测定结果

分析元素	理论值 (mg/kg)	测定值 (mg/kg)	RSD (n=6) (%)
Ca	13.9±0.7	13.5	2.11
Cd	0.106±0.013	0.095	7.92
Cu	5.00±0.23	5.12	1.03
Fe	53±4	53.5	0.41
K	17.0±0.8	17.4	0.46
Mg	1.26±0.07	1.30	0.44
Mn	0.29±0.03	0.30	4.3
Na	4.19±0.23	4.01	2.84
Zn	44.9±2.3	39.8	0.43

## ■ 结论

使用岛津公司新品 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪并结合碰撞池技术，测定了奶粉中常量、微量和痕量元素的含量。实验结果表明，质控样品测定值与标准值吻合，精密度小于 4%。该方法具有灵敏度高，检出限低，精密度高，分析速度快，操作简单，准确度高等特点，可满足食品样品中常量、微量和痕量元素同时分析的要求。