

doi:10.3969/j.issn.2095-1035.2020.03.014

# 碰撞池反应-电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法 测定出口食品营养强化剂中的 26 种元素

于 趁 姚春毅 马育松 贾海涛 陈瑞春

(石家庄海关技术中心,石家庄 050051)

**摘 要** 采用碰撞池反应-电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法建立了 11 种营养强化剂中 26 种元素的 He 碰撞反应池模式下的全定量检测方法。考察了不同的样品处理方式及样品称样量对分析过程的影响,比较了普通模式和 He 碰撞反应池模式的优缺点。实验结果表明,对于易溶性营养强化剂可以采用直接酸溶液溶解进样方式,且定容体积为 10 mL 时有机强化剂称样量控制在 0.20 g、无机强化剂称样量控制在 0.10 g 以下时基体干扰较小,可得到满意的测定结果。各元素加标回收率在 81.0%~110%,相对标准偏差(RSD)为 2.1%~5.4%,可实现对 26 种元素一次性测定,为河北辖区出口营养强化剂提供分析方法和风险监控分析依据。

**关键词** 碰撞池反应-电感耦合等离子体质谱法;26 种元素;出口营养强化剂

**中图分类号**:O657.63;TH843

**文献标志码**:A

**文章编号**:2095-1035(2020)03-0071-09

## Determination of Twenty-six Elements in the Food Nutrition Fortifier for Export by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry with Collision Cell Reaction

YU Chen, YAO Chunyi, MA Yusong, JIA Haitao, CHEN Ruichun

(Hebei Entry-exit Inspection and Quarantine Bureau, Shijiazhuang, Hebei 050051, China)

**Abstract** The quantitative detection technique of 26 elements in nutrition fortifier under He collision reaction cell model by use of the reaction collision cell inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) was established. The influence of different sample processing methods and sample weight on the analysis process is investigated, and the advantages and disadvantages of common mode and He collision reaction cell model are compared. Experimental results show that for soluble nutrient fortifiers, direct acid solution can be used to dissolve the sample, and when the constant volume is 10 mL, the measuring amount of organic fortifier is controlled at 0.20 g, and when the measuring amount of inorganic fortifier is controlled below 0.10 g, the matrix interference is small, and satisfactory results can be obtained. The standard recovery rate of each element is 81.0%—110%, and the relative standard deviation (RSD) is

**收稿日期**:2019-08-14 **修回日期**:2019-12-29

**基金项目**:国家质量监督检验检疫总局科技计划项目(2015IK102)

**作者简介**:于趁,女,工程师,主要从事食品及化工品分析研究。E-mail:yuky668@126.com

**本文引用格式**:于趁,姚春毅,马育松,等.碰撞池反应-电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定出口食品营养强化剂中的 26 种元素[J].中国无机分析化学,2020,10(3):71-79.

YU Chen, YAO Chunyi, MA Yusong, et al. Determination of Twenty-six Elements in the Food Nutrition Fortifier for Export by Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry with Collision Cell Reaction[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2020, 10(3): 71-79.

2.1%—5.4%, which can realize the one-time determination of 26 elements, and provide the analysis method and risk monitoring analysis basis for the export of nutritional fortifiers in Hebei province.

**Keywords** collision cell reaction-inductively coupled plasma mass spectrometry; element; export of nutritional supplements

## 前言

食品营养强化是在现代营养科学的指导下,根据不同地区、不同人群的营养缺乏状况和营养需要,以及为弥补食品在正常加工、储存时造成的营养素损失,在食品中选择性地加入一种或者多种微量营养素或其他营养物质。可以增加人群对某些营养素的摄入量,以达到纠正或预防人们微量营养素缺乏的目的。其优点在于,既能覆盖较大范围的人群,又能在短时间内收效,且花费不多,是经济、便捷的营养改善方式,因此在世界范围内被广泛应用。

由于食品添加剂行业的快速发展,及其应用范围日趋广泛<sup>[1]</sup>,建立营养强化剂中元素含量的检测方法对保护人群健康、保证食品安全等方面具有重要意义。

目前关于营养强化剂的测定方法有分光光度法<sup>[2]</sup>、原子吸收光谱法<sup>[3-6]</sup>、电感耦合等离子体原子发射光谱法<sup>[7]</sup>、电感耦合等离子体质谱法<sup>[8]</sup>等。电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)可同时测定样品中多种元素,具有灵敏度高、动态线性范围宽、分析速度快等特点,广泛应用于分析领域<sup>[9-10]</sup>。ICP-MS的干扰分为质谱干扰和非质谱干扰(或称基体效应),通常采用标准加入法、基体匹配、内标法、同位素稀释等方法消除基体效应<sup>[7]</sup>。而减轻或消除质谱干扰的方法有化学分离法<sup>[11]</sup>、高分辨质谱仪<sup>[12]</sup>、数学校正方法<sup>[13-14]</sup>以及碰撞/动态反应池技术<sup>[15-16]</sup>等。

本文采用碰撞池反应模式消除干扰,以电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法建立了 11 种营养强化剂中 26 种元素的 He 碰撞反应池模式下的全定量检测方法。该方法分析元素种类多,前处理简便易操作,分析快速准确,可为出口营养强化剂提供分析方法和风险监控分析依据。

## 1 实验部分

### 1.1 材料与试剂

混合内标溶液:含 Ag、Al、As、Ba、Be、Cd、Co、Cr、Cu、Mn、Mo、Ni、Pb、Sb、Se、Th、Tl、U、V、Zn 10 mg/L 和 Ca、Fe、K、Mg、Na 1 000 mg/L(美国安捷伦公司)。

Hg、Sn 单标准储备溶液(1 000  $\mu\text{g/mL}$ ,国家钢铁材料测试中心钢铁研究总院)。

标准溶液配制:先准确移取 Hg、Sn 单标准储备溶液 1.00 mL 用硝酸(2%)溶液定容至 100.00 mL,配制成 Hg、Sn 浓度为 10 mg/L 的混合标准溶液,再准确移取混合内标溶液和 Hg、Sn 混合溶液各 1.00 mL,用硝酸(2%)溶液定容至 100.00 mL,最后用硝酸(2%)溶液逐级稀释,得到 Ag、Al、As、Ba、Be、Cd、Co、Cr、Cu、Mn、Mo、Ni、Pb、Sb、Se、Th、Tl、U、V、Zn、Hg、Sn 浓度分别为 0、2、5、10、20 ng/mL 和 Ca、Fe、K、Mg、Na 浓度分别为 0.0、0.2、0.5、1.0、2.0  $\mu\text{g/mL}$  的混合标准溶液。

超纯水(电阻率为 18.2  $\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ ),硝酸(北京化学试剂研究所),实验中容器用硝酸(20%)溶液浸泡 24 h 后超纯水洗涤,调谐液(含 Ce、Co、Li、Tl、Y 10  $\mu\text{g/L}$ ,美国安捷伦公司)。

### 1.2 仪器与设备

7500CE 电感耦合等离子体质谱(美国安捷伦公司),配 Micromist 同心雾化器及镍锥采样锥。

Multiwave3000 微波消解萃取仪(奥地利安东帕有限公司),可调式恒温电热板。

### 1.3 实验方法

#### 1.3.1 电感耦合等离子体质谱仪参数

RF 功率 1 500 W,等离子气流量 15 L/min,载气流量 0.83 L/min,蠕动泵转速 0.1 r/s,He 气流量 4.5 mL/min,雾化室温度 2.0  $^{\circ}\text{C}$ ,辅助气流量 0.23 L/min;采样深度 8.8 mm。

#### 1.3.2 样品处理

对于可溶性有机营养强化剂,称取 0.15~0.20 g(精确至 0.000 1 g)样品,以硝酸(2%)溶液定容至 10.00 mL,对于可溶性无机营养强化剂,称样量控制在 0.10 g 以下,以硝酸(2%)溶液定容至 10.00 mL。同法做样品空白实验。

#### 1.3.3 样品测定

用 10 ng/mL Li、Y、Ce、Tl、Co 混合调谐液对仪器条件进行优化,使仪器的质量轴、分辨率、氧化物、灵敏度、双电荷等各项指标达到分析要求,见表 1。设置氦气碰撞模式定量分析方法,通过标准溶液校正仪器响应曲线,并对样品溶液进行数据分析。

表 1 电感耦合等离子体质谱仪器工作条件和参数

Table 1 Working conditions and parameters of inductively coupled plasma mass spectrometry instrument

| 参数                  | <sup>7</sup> Li                                                     | <sup>89</sup> Y | <sup>205</sup> Tl |
|---------------------|---------------------------------------------------------------------|-----------------|-------------------|
| 轴偏移/amu             | 7.00±0.10                                                           | 89±0.10         | 205±0.10          |
| 分辨率(W-10%)          | 0.65~0.80                                                           | 0.65~0.80       | 0.65~0.80         |
| 灵敏度/cps(积分时间 0.1 s) |                                                                     | >1 000          | >1 000            |
| 精密度(RSD)/%          | <5                                                                  | <5              | <5                |
| 背景/cps              | <30                                                                 | <30             | <30               |
| 氧化物比值/%             | <sup>156</sup> Ce <sup>+</sup> O/ <sup>140</sup> Ce <sup>+</sup> <1 |                 |                   |
| 双电荷比值/%             | <sup>70</sup> Ce <sup>2+</sup> / <sup>140</sup> Ce <sup>+</sup> <5  |                 |                   |

2 结果与讨论

2.1 前处理方法的选择

样品前处理方法一般有湿法消解、干灰化法和微波消解法。湿消解法需用大量的硝酸和高氯酸,消化过程复杂,试剂用量大,易对环境造成污染,且待测组分易被污染和损失。干灰化法能处理较大样品量、操作简单,但因灰化温度高易造成易挥发元素损失。微波消解作为一种新的样品前处理技术,近年来在元素分析过程中已被普遍采用。

由于无机营养强化剂含大量无机盐,前处理方法尝试过微波消解、常压消解、直接溶解法和干法灰化,比较结果发现,这几种方法对无机盐成分影响均相差不大,因此选择以稀酸溶液溶解后进行测定。对有机性可溶营养强化剂来说,几种方法结果差别不大,因此也选用稀酸溶液溶解的前处理方法。

2.2 称样量的选择

当样品基体浓度过大时,均可能产生严重的基体干扰,尤其无机金属元素产生的基体干扰更为严重,而且样品浓度过高容易污染仪器,造成检测结果不准确,需长时间清洗。在本实验中考察了定容体积为 10 mL,称样量分别为 0.50、0.20、0.10 g 时对回收率的影响。结果表明,称样量为 0.50 g 时,基体干扰严重;称样量为 0.20 g 时,有机营养强化剂影响不大;0.10 g 时,无机营养强化剂可以得到满意效果。故选定定容体积为 10 mL 时有机强化剂称样量控制在 0.20 g、无机强化剂称样量控制在 0.10 g 以下的称样量。见表 2。

表 2 样品称样量选择

Table 2 Selection of sample weight

| 称称样量/g | 无机强化剂  | 有机强化剂  |
|--------|--------|--------|
| 0.50   | 基体干扰严重 | 基体干扰严重 |
| 0.20   | 有基质干扰  | 较好     |
| 0.10   | 较好     |        |

2.3 ICP-MS 模式的选择

虽然 ICP-MS 法已经成为越来越常规的实验室分析技术,但对于一些复杂基体,依然存在一些干扰,池技术是 ICP-MS 目前技术进展的最前沿。

池技术的进展反映在两个方面,一个是池本身,一个是池里面通的气体。

池技术有四级杆、六级杆和八级杆三种。本文中用到的仪器为八级杆碰撞/反应池配置。采用碰撞/反应池技术,离子以正常方式进入接口区,然后在真空下被提取到置于四级杆分析器前的碰撞/反应池中。此时将碰撞反应气如 H<sub>2</sub> 或 He 通入反应池,反应池由一根八级杆组成,通常仅在 RF 模式下操作。RF 场与传统的四级杆一样,不能分离质量数,但可聚焦离子,经聚焦后的离子与碰撞/反应池中的气体分子发生碰撞和反应。由于发生了大量的不同的离子-分子碰撞和反应,多原子干扰离子如 <sup>40</sup>Ar<sup>+</sup>、<sup>40</sup>Ar<sup>16</sup>O<sup>+</sup> 和 <sup>38</sup>ArH<sup>+</sup> 可转变成无害的非干扰物质,或者待测元素将转变成另一种不受干扰的离子。采用在氦气碰撞模式中用精确控制的动能歧视原理(KED)去除多原子离子干扰,从而使对复杂和未知样品基体的分析得到准确的定量结果,它基于干扰分子离子的直径总大于待测元素离子的直径而达到“分子过滤”的原理。对于同质量元素干扰的影响使用无干扰同位素进行测试。在样品定量测定中,质量数大于 27、小于 80 的元素易受 Ar、O、Cl、C、H 等元素干扰,采用 He 碰撞池反应器模式可有效消除元素干扰,实验结果也能达到要求。

2.4 线性参数及各元素检出限

按实验方法对铅、砷、镉、汞、铜等 26 种元素的混合标准溶液系列进行测定,26 种元素质量浓度在一定范围内与发射强度呈线性关系,并以标准空白溶液平行测定 11 次,计算方法检出限(3S/N),其线性范围、线性回归方程、相关系数及检出限见表 3。

2.5 实际样品测定

按照实验方法对 11 种营养强化剂的 26 种元素进行了测定,测定结果见表 4。

由表 4 可见,实际样品分析 26 种元素虽含量各不相同,但重金属污染元素含量低,风险较小。

2.6 加标回收率及方法精密度实验

选择了三种不同类型的营养强化剂(牛磺酸、维生素 C、甘氨酸锌)分别做三个水平添加浓度,样品中添加 0.5 倍、1 倍、2 倍检测浓度的标准品,未检出元素项目加入 1 倍、2 倍和 3 倍检出限浓度,进行加标回收率实验,提供三次回收率实验数据。实验结果见表 5~7。



| 表 5 样品牛磺酸各元素加标回收率                                          |                             |       |    |                             |       |
|------------------------------------------------------------|-----------------------------|-------|----|-----------------------------|-------|
| Table 5 Standard recoveries of taurine elements in samples |                             |       |    |                             |       |
| 元素                                                         | 加标水平/(mg·kg <sup>-1</sup> ) | 回收率/% | 元素 | 加标水平/(mg·kg <sup>-1</sup> ) | 回收率/% |
| Be                                                         | 0.01                        | 94.3  | Cu | 0.03                        | 94.9  |
|                                                            | 0.02                        | 92.6  |    | 0.06                        | 107   |
|                                                            | 0.03                        | 98.7  |    | 0.09                        | 92.2  |
| Na                                                         | 4.8                         | 100   | Zn | 0.01                        | 112   |
|                                                            | 9.6                         | 102   |    | 0.02                        | 108   |
|                                                            | 19.2                        | 105   |    | 0.03                        | 110   |
| Mg                                                         | 0.02                        | 94.8  | As | 0.01                        | 103   |
|                                                            | 0.04                        | 99.7  |    | 0.02                        | 101   |
|                                                            | 0.06                        | 92.4  |    | 0.03                        | 107   |
| Al                                                         | 0.03                        | 91.3  | Se | 0.02                        | 105   |
|                                                            | 0.06                        | 90.7  |    | 0.04                        | 102   |
|                                                            | 0.09                        | 98.6  |    | 0.06                        | 105   |
| K                                                          | 0.6                         | 97.1  | Mo | 0.01                        | 96.6  |
|                                                            | 1.2                         | 101   |    | 0.02                        | 93.4  |
|                                                            | 2.4                         | 103   |    | 0.03                        | 99.7  |
| Ca                                                         | 5.6                         | 84.1  | Ag | 0.01                        | 96.6  |
|                                                            | 11.2                        | 99.0  |    | 0.02                        | 93.5  |
|                                                            | 22.4                        | 89.7  |    | 0.03                        | 94.2  |
| Ti                                                         | 0.02                        | 89.6  | Cd | 0.01                        | 94.2  |
|                                                            | 0.04                        | 98.3  |    | 0.02                        | 103   |
|                                                            | 0.06                        | 93.2  |    | 0.03                        | 101   |
| V                                                          | 0.02                        | 96.3  | Sb | 0.02                        | 86.4  |
|                                                            | 0.04                        | 105   |    | 0.04                        | 103   |
|                                                            | 0.08                        | 103   |    | 0.06                        | 97.7  |
| Cr                                                         | 0.05                        | 88.3  | Ba | 0.08                        | 105   |
|                                                            | 0.10                        | 90.2  |    | 0.16                        | 103   |
|                                                            | 0.20                        | 93.4  |    | 0.24                        | 107   |
| Mn                                                         | 0.35                        | 99.0  | Hg | 0.01                        | 107   |
|                                                            | 0.70                        | 104   |    | 0.02                        | 101   |
|                                                            | 1.4                         | 92.4  |    | 0.03                        | 104   |
| Fe                                                         | 0.04                        | 106   | Pb | 0.01                        | 113   |
|                                                            | 0.08                        | 105   |    | 0.02                        | 104   |
|                                                            | 1.2                         | 107   |    | 0.03                        | 102   |
| Co                                                         | 0.01                        | 82.7  | Sn | 0.02                        | 81.0  |
|                                                            | 0.02                        | 87.6  |    | 0.04                        | 87.0  |
|                                                            | 0.03                        | 89.1  |    | 0.06                        | 88.2  |
| Ni                                                         | 0.02                        | 98.2  | Tl | 0.01                        | 101   |
|                                                            | 0.04                        | 103   |    | 0.02                        | 94.7  |
|                                                            | 0.06                        | 107   |    | 0.03                        | 99.5  |

表 6 样品维生素 C 各元素加标回收率  
Table 6 Standard recovery of vitamin C in samples

| 元素 | 加标水平/(mg · kg <sup>-1</sup> ) | 回收率/% | 元素 | 加标水平/(mg · kg <sup>-1</sup> ) | 回收率/% |
|----|-------------------------------|-------|----|-------------------------------|-------|
| Be | 0.01                          | 87.7  | Cu | 0.09                          | 97.9  |
|    | 0.02                          | 96.3  |    | 0.18                          | 102   |
|    | 0.03                          | 92.0  |    | 0.36                          | 101   |
| Na | 0.5                           | 91.6  | Zn | 0.08                          | 94.5  |
|    | 1.0                           | 95.4  |    | 0.16                          | 91.9  |
|    | 2.0                           | 96.6  |    | 0.32                          | 97.3  |
| Mg | 2.5                           | 102   | As | 0.01                          | 104   |
|    | 5.0                           | 101   |    | 0.02                          | 103   |
|    | 10.0                          | 104   |    | 0.03                          | 107   |
| Al | 0.03                          | 92.4  | Se | 0.02                          | 93.8  |
|    | 0.06                          | 102   |    | 0.04                          | 99.1  |
|    | 0.09                          | 102   |    | 0.08                          | 91.9  |
| K  | 0.1                           | 92.7  | Mo | 0.03                          | 102   |
|    | 0.2                           | 101   |    | 0.06                          | 105   |
|    | 0.3                           | 108   |    | 0.12                          | 97.2  |
| Ca | 0.1                           | 110   | Ag | 0.01                          | 93.8  |
|    | 0.2                           | 103   |    | 0.02                          | 99.5  |
|    | 0.3                           | 106   |    | 0.03                          | 92.7  |
| Ti | 0.20                          | 101   | Cd | 0.01                          | 90.7  |
|    | 0.50                          | 95.6  |    | 0.02                          | 98.9  |
|    | 1.0                           | 97.8  |    | 0.03                          | 92.4  |
| V  | 0.02                          | 86.7  | Sb | 0.02                          | 100   |
|    | 0.04                          | 97.6  |    | 0.04                          | 104   |
|    | 0.08                          | 94.0  |    | 0.06                          | 101   |
| Cr | 0.02                          | 99.1  | Ba | 0.20                          | 94.1  |
|    | 0.04                          | 103   |    | 0.30                          | 91.8  |
|    | 0.06                          | 97.9  |    | 0.60                          | 99.3  |
| Mn | 0.02                          | 106   | Hg | 0.01                          | 102   |
|    | 0.04                          | 106   |    | 0.02                          | 103   |
|    | 0.06                          | 103   |    | 0.03                          | 100   |
| Fe | 0.04                          | 98.8  | Pb | 0.01                          | 106   |
|    | 0.08                          | 100   |    | 0.02                          | 99.9  |
|    | 0.12                          | 90.6  |    | 0.03                          | 94.5  |
| Co | 0.01                          | 109   | Sn | 0.02                          | 99.8  |
|    | 0.02                          | 105   |    | 0.04                          | 91.8  |
|    | 0.03                          | 107   |    | 0.08                          | 96.6  |
| Ni | 0.02                          | 90.4  | Tl | 0.01                          | 91.2  |
|    | 0.04                          | 90.6  |    | 0.02                          | 88.9  |
|    | 0.06                          | 97.9  |    | 0.03                          | 95.7  |

表 7 样品甘氨酸锌各元素加标回收率  
Table 7 labeled recovery of glycine zinc in samples

| 元素 | 加标水平/(mg · kg <sup>-1</sup> ) | 回收率/% | 元素 | 加标水平/(mg · kg <sup>-1</sup> ) | 回收率/% |
|----|-------------------------------|-------|----|-------------------------------|-------|
| Be | 0.01                          | 88.9  | Cu | 0.09                          | 94.0  |
|    | 0.02                          | 99.2  |    | 0.18                          | 91.2  |
|    | 0.03                          | 92.7  |    | 0.36                          | 94.5  |
| Na | 9.0                           | 101   | Zn | /                             | /     |
|    | 18.0                          | 103   |    |                               |       |
|    | 36.0                          | 100   |    |                               |       |
| Mg | 2.5                           | 96.5  | As | 0.01                          | 102   |
|    | 5.0                           | 93.8  |    | 0.02                          | 89.6  |
|    | 10.0                          | 92.7  |    | 0.03                          | 90.3  |
| Al | 0.03                          | 94.2  | Se | 0.02                          | 97.4  |
|    | 0.06                          | 92.6  |    | 0.04                          | 93.9  |
|    | 0.09                          | 96.6  |    | 0.10                          | 94.0  |
| K  | 0.1                           | 97.1  | Mo | 0.03                          | 103   |
|    | 0.2                           | 98.8  |    | 0.06                          | 104   |
|    | 0.3                           | 102   |    | 0.12                          | 100   |
| Ca | 0.1                           | 88.7  | Ag | 0.01                          | 99.2  |
|    | 0.2                           | 90.4  |    | 0.02                          | 98.6  |
|    | 0.3                           | 92.6  |    | 0.03                          | 97.3  |
| Ti | 0.02                          | 95.2  | Cd | 0.01                          | 90.7  |
|    | 0.04                          | 94.4  |    | 0.02                          | 95.1  |
|    | 0.06                          | 96.7  |    | 0.03                          | 94.6  |
| V  | 0.12                          | 103   | Sb | 0.02                          | 92.0  |
|    | 0.24                          | 102   |    | 0.04                          | 97.1  |
|    | 0.48                          | 105   |    | 0.06                          | 103   |
| Cr | 0.20                          | 96.8  | Ba | 0.10                          | 94.7  |
|    | 0.40                          | 99.5  |    | 0.15                          | 97.2  |
|    | 0.80                          | 95.7  |    | 0.20                          | 93.7  |
| Mn | 0.02                          | 85.7  | Hg | 0.01                          | 103   |
|    | 0.04                          | 86.9  |    | 0.02                          | 102   |
|    | 0.06                          | 92.6  |    | 0.03                          | 102   |
| Fe | 0.04                          | 92.7  | Pb | 0.01                          | 102   |
|    | 0.08                          | 96.8  |    | 0.02                          | 103   |
|    | 0.12                          | 97.2  |    | 0.03                          | 98.5  |
| Co | 0.01                          | 95.5  | Sn | 0.02                          | 102   |
|    | 0.02                          | 91.2  |    | 0.04                          | 104   |
|    | 0.03                          | 103   |    | 0.06                          | 102   |
| Ni | 0.02                          | 103   | Tl | 0.01                          | 94.4  |
|    | 0.04                          | 96.6  |    | 0.02                          | 96.7  |
|    | 0.06                          | 99.9  |    | 0.03                          | 99.7  |

实验表明,各物质各元素的加标回收率良好,在 81.0%~110%。

选择牛磺酸做一个水平添加浓度,进样 6 次做方法精密度实验,结果见表 8。

表 8 牛磺酸精密度实验

Table 8 Precision experiment of taurine

| 元素 | 本底值/(mg·kg <sup>-1</sup> ) | 加标量/(mg·kg <sup>-1</sup> ) | 测定值/(mg·kg <sup>-1</sup> ) |         |         |         |         |         | RSD/% |
|----|----------------------------|----------------------------|----------------------------|---------|---------|---------|---------|---------|-------|
| Be | -                          | 0.01                       | 0.086                      | 0.093   | 0.091   | 0.097   | 0.088   | 0.085   | 5.1   |
| Na | 9.6                        | 10.0                       | 18.7                       | 19.1    | 19.8    | 19.4    | 18.4    | 18.9    | 2.6   |
| Mg | -                          | 0.02                       | 0.018                      | 0.019   | 0.019   | 0.018   | 0.020   | 0.019   | 4.0   |
| Al | -                          | 0.03                       | 0.029                      | 0.027   | 0.028   | 0.029   | 0.031   | 0.029   | 4.9   |
| K  | 1.2                        | 1.0                        | 2.15                       | 2.21    | 2.17    | 2.08    | 2.12    | 2.16    | 2.1   |
| Ca | 11.2                       | 21.0                       | 22.0                       | 20.3    | 21.6    | 20.9    | 19.6    | 20.9    | 4.1   |
| Ti | -                          | 0.02                       | 0.018                      | 0.019   | 0.020   | 0.019   | 0.018   | 0.018   | 4.4   |
| V  | 0.04                       | 0.08                       | 0.105                      | 0.121   | 0.119   | 0.115   | 0.113   | 0.107   | 5.4   |
| Cr | 0.10                       | 0.10                       | 0.186                      | 0.191   | 0.199   | 0.185   | 0.183   | 0.197   | 3.5   |
| Mn | 0.70                       | 1.0                        | 1.62                       | 1.71    | 1.73    | 1.59    | 1.64    | 1.66    | 3.2   |
| Fe | -                          | 0.04                       | 0.039                      | 0.036   | 0.037   | 0.041   | 0.038   | 0.037   | 4.7   |
| Co | -                          | 0.01                       | 0.009 4                    | 0.009 5 | 0.009 8 | 0.009 7 | 0.009 6 | 0.010   | 2.2   |
| Ni | -                          | 0.02                       | 0.019 0                    | 0.018 3 | 0.019 2 | 0.018 1 | 0.018 4 | 0.020 1 | 4.0   |
| Cu | -                          | 0.03                       | 0.027                      | 0.030   | 0.027   | 0.029   | 0.028   | 0.027   | 4.5   |
| Zn | -                          | 0.01                       | 0.009 4                    | 0.009 6 | 0.009 7 | 0.009 9 | 0.009 2 | 0.009 6 | 2.5   |
| As | -                          | 0.01                       | 0.009 3                    | 0.009 6 | 0.009 7 | 0.102 0 | 0.009 2 | 0.009 9 | 3.9   |
| Se | -                          | 0.02                       | 0.019 4                    | 0.189 0 | 0.018 7 | 0.019 6 | 0.019 2 | 0.020 3 | 2.9   |
| Mo | 0.01                       | 0.01                       | 0.020 4                    | 0.019 9 | 0.018 3 | 0.019 3 | 0.019 7 | 0.020 1 | 3.8   |
| Ag | -                          | 0.01                       | 0.009 2                    | 0.009 3 | 0.008 9 | 0.010   | 0.009 4 | 0.009 6 | 4.0   |
| Cd | -                          | 0.01                       | 0.009 6                    | 0.009 8 | 0.009 1 | 0.009 8 | 0.010 2 | 0.009 6 | 3.7   |
| Sb | -                          | 0.02                       | 0.019 4                    | 0.019 5 | 0.018 9 | 0.020 2 | 0.019 9 | 0.019 3 | 2.3   |
| Ba | 0.08                       | 0.10                       | 0.175                      | 0.182   | 0.169   | 0.173   | 0.169   | 0.167   | 3.2   |
| Hg | -                          | 0.01                       | 0.009 0                    | 0.009 2 | 0.009 9 | 0.009 6 | 0.010 1 | 0.009 4 | 4.4   |
| Pb | -                          | 0.01                       | 0.009 6                    | 0.009 4 | 0.008 9 | 0.010 1 | 0.010 2 | 0.009 7 | 4.9   |
| Sn | -                          | 0.02                       | 0.019 2                    | 0.019 6 | 0.018 7 | 0.018 4 | 0.018 2 | 0.018 3 | 3.0   |
| Tl | -                          | 0.01                       | 0.009 4                    | 0.009 2 | 0.009 7 | 0.009 9 | 0.009 0 | 0.008 8 | 4.5   |

各物质各元素 RSD 在 2.1%~5.4%,精密度良好。实验结果表明,该方法稳定可靠。

3 结论

采用碰撞池反应-电感耦合等离子体质谱法可以实现食品营养强化剂中多种元素的同时、快速、准确的测定。采用外标法进行定量分析,检出限为 0.01~0.2 mg/L,精密度良好,可以满足营养强化剂中痕量元素的测定要求。

参考文献

[1] 李茵,祝建新,石磊,等.浅谈我国进出口食品添加剂贸易现状及发展建议[J].中国食品添加剂,2012(6):202-206.

LI Yin,ZHU Jianxin,SHI Lei,et al.Current situation and development suggestions of China's import and export food additives trade[J].Chinese Food Additives,2012(6):202-206.

[2] 黄广民,姚伯元.高钙强化剂中痕量汞的测定[J].食品

科学,2003,24(8):112-114.

HUANG Guangmin,YAO Boyuan.Determination of trace mercury in high calcium fortifier[J].Food Science,2003,24(8):112-114.

[3] 王春来.GFAAS 测定高钙样品中铅含量的基体改进剂探讨[J].中国卫生检验杂志,2008,18(4):626-627.

WANG Chunlai.Study on matrix modifier for determination of lead content in high calcium samples by GFAAS[J].Chinese Journal of Health Inspection,2008,18(4):626-627.

[4] 屈明华,费学谦,丁明.石墨炉原子吸收光谱法对高钙营养强化剂中痕量铅的测定[J].分析测试学报,2008,27(10):1132-1134.

QU Minghua,FEI Xueqian,DING Ming.Determination of trace lead in high-calcium nutrient enhancer by graphite furnace atomic absorption spectrometry[J].2008,27(10):1132-1134.

[5] MATTOS J C P,NUNES A M,MARTINS A F,et al.Influence of citric acid as chemical modifier for lead determination in dietary calcium supplement samples

- by graphite furnace atomic absorption spectrometry[J]. Spectrochim Acta, 2005, 60B(5): 687-692.
- [6] 卢丽, 邹志飞, 刘二龙, 等. 直接溶解-石墨炉原子吸收光谱法测定视频营养强化剂葡萄糖酸铜中铅[J]. 中国食品添加剂, 2015(2): 169-172.  
LU Li, ZOU Zhifei, LIU Erlong et al. Direct solution-graphite furnace atomic absorption spectrometry for the determination of lead in video nutrient fortifier copper gluconate[J]. Chinese Food Additive, 2015(2): 169-172.
- [7] 段建坤, 曾爱民, 杨永, 等. 电感耦合等离子体原子发射光谱分析食品营养强化剂中的痕量元素[J]. 食品安全与检测, 2011, 36(11): 261-264.  
DUAN Jiankun, ZENG Aimin, YANG Yong et al. Analysis of trace elements in food nutrient fortifiers by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry[J]. Food Safety and Detection, 2011, 36(11): 261-264.
- [8] 段建坤, 李琚, 杨永, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定食品营养强化剂中5种痕量有害金属元素[J]. 理化检验-化学分册, 2013, 49(9): 1058-1060, 1064.  
DUAN Jiankun, LI Ju, YANG Yong, et al. Determination of 5 trace harmful metal elements in food nutrient fortifiers by inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Part B: Chemical Analysis), 2013, 49(9): 1058-1060, 1064.
- [9] 韦慧强. 电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定沙虫中10种重金属[J]. 中国无机分析化学, 2019, 9(4): 8-11.  
WEI Huiqiang. Determination of 10 kinds of heavy metal elements in sipunculus nudus by ICP-MS[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2019, 9(4): 8-11.
- [10] 尹庆红, 祝秀江, 栾进华, 等. 电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定页岩中稀土元素含量[J]. 中国无机分析化学, 2019, 9(3): 23-27.  
YIN Qinghong, ZHU Xiujiang, LUAN Jinhua, et al. Determination of rare earth elements in shale by inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2019, 9(3): 23-27.
- [11] FANG J, LIU L W, YAN X P. Minimization of mass interferences in quadrupole inductively coupled plasma mass spectrometric (ICP-MS) determination of palladium using a flow injection on-line displacement solid-phase extraction protocol[J]. Spectrochim Acta, 2006, 61B: 864-869.
- [12] MOLDOVAN M, KRUPP E M, HOLLIDAY A E, et al. High resolution sector field ICP-MS and multi-collector ICP-MS as tools for trace metal speciation in environmental studies: a review[J]. J. Anal. At. Spectrom., 2004, 19: 815-822.
- [13] MARENGO E, ACETO M, ROBOTTIE, et al. Optimisation of sensitivity in the multi-elemental determination of 83 isotopes by ICP-MS as a function of 21 instrumental operative conditions by modified simplex, principal component analysis and partial least squares[J]. Talanta, 2008, 76(5): 1224-1232.
- [14] 于兆水, 孙晓玲, 张勤. 电感耦合等离子体质谱法测定地球化学样品中砷的干扰校正方法[J]. 分析化学, 2008, 36(11): 1571-1574.  
YU Zhaoshui, SUN Xiaoling, ZHANG Qin. Interference correction method for determination of arsenic in geochemical samples by inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. Analytical Chemistry, 2008, 36(11): 1571-1574.
- [15] TANNER S D, BARANOV V I. Theory, design, and operation of a dynamic reaction cell for ICP-MS[J]. Atom. Spectrom., 1999, 20(2): 45-52.
- [16] 章连香, 冯先进. 八极杆碰撞/反应池(ORS)-电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定复杂矿物中的稀土元素[J]. 中国无机分析化学, 2017, 7(2): 22-26.  
ZHANG Lianxiang, FENG Xianjin. Determination of rare earth elements in complex minerals by octopole reaction system (ORS)-inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS)[J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2017, 7(2): 22-26.