

## 附件 6

# 保健食品中 9 种矿物元素的测定 BJS 201718

### 1 范围

本方法规定了保健食品中钠(Na)、镁(Mg)、钾(K)、钙(Ca)、锰(Mn)、铁(Fe)、铜(Cu)、锌(Zn)、硒(Se)，9 种矿物元素的电感耦合等离子体质谱法的测定方法。

本方法适用于液体水状基质，固体基质及软胶囊剂保健食品中钠(Na)、镁(Mg)、钾(K)、钙(Ca)、锰(Mn)、铁(Fe)、铜(Cu)、锌(Zn)、硒(Se)的测定。

### 2 原理

样品经酸消解处理成溶液后，经气动雾化器以气溶胶的形式进入氩气为基质的高温射频等离子体中，经过蒸发、解离、原子化、电离等过程，转化为带正电荷的正离子，经离子采集系统进入质谱仪，质谱仪根据质荷比进行分离，质谱积分面积与进入质谱仪中的离子数成正比。即被测元素浓度与各元素产生的信号强度 CPS 成正比，外标法定量。

### 3 试剂和材料

注：水为 GB/T 6682 规定的一级水。

#### 3.1 试剂

3.1.1 硝酸 ( $\rho=1.42\text{g/mL}$ )，优级纯。

3.1.2 过氧化氢 [ $\omega(\text{H}_2\text{O}_2)=30\%$ ]，优级纯。

3.1.3 硝酸 (0.5 mol/L)：取硝酸 (3.1.1) 3.2mL 加入 50mL 水中，稀释至 100mL。

3.1.4 质谱调谐液：锂 (Li)、钴 (Co)、铟 (In)、铀 (U)、钡 (Ba)、铈 (Ce) 混合溶液为质谱调谐液，浓度为 1.0 $\mu\text{g/L}$ 。

#### 3.2 标准品

单元素标准物质：钠(Na)、镁(Mg)、钾(K)、钙(Ca)、锰(Mn)、铁(Fe)、铜(Cu)、锌(Zn) [ $\rho=1000.0\mu\text{g/mL}$ ]，以及硒(Se)[ $\rho=100.0\mu\text{g/mL}$ ]、铼(Re) [ $\rho=10.0\text{mg/L}$ ]、铑(Rh) [ $\rho=10.0\text{mg/L}$ ]标准储备液。

#### 3.3 标准溶液配制

3.3.1 混合标准使用液：准确移取钠(Na)、镁(Mg)、钾(K)、钙(Ca)标准溶液 [ $\rho=1000.0\text{mg/L}$ ]10 mL，准确移取锰(Mn)、铁(Fe)、铜(Cu)、锌(Zn)标准溶液 [ $\rho=1000.0\text{mg/L}$ ]1 mL，硒(Se)标准溶液 [ $\rho=100.0\text{mg/L}$ ] 5.0mL，用硝酸 (3.1.3) 定容至 100 mL，摇匀，配成含钠(Na)、镁(Mg)、钾(K)、钙(Ca)质量浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$ ，含锰(Mn)、铁(Fe)、铜(Cu)、锌(Zn) 10 $\mu\text{g/mL}$ ，含硒(Se) 5 $\mu\text{g/mL}$  的

混合标准使用液。贮存于 4℃ 冰箱中,有效期 3 个月。分别准确移取混合标准储备液钠(Na)、镁(Mg)、钾(K)、钙(Ca)[ $\rho=100\mu\text{g}/\text{mL}$ ], 和锰(Mn)、铁(Fe)、铜(Cu)、锌(Zn) [ $\rho=10.0\mu\text{g}/\text{mL}$ ], 以及硒(Se)标准储备液[ $\rho=5.0\mu\text{g}/\text{mL}$ ]0、0.10、0.50、1.00、5.00、10.0mL 于 100mL 容量瓶中,加 0.5mol/L 硝酸定容至刻度,摇匀,得依次含钠(Na)、镁(Mg)、钾(K)、钙(Ca)0、0.1、0.5、1.0、5.0、10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ , 含锰(Mn)、铁(Fe)、铜(Cu)、锌(Zn)0、10、50、100、500、1000 $\mu\text{g}/\text{L}$ , 含硒(Se)0、5、25、50、250、500  $\mu\text{g}/\text{L}$  的混合标准系列溶液。

3.3.2 内标使用溶液: 选用铷(Re) [ $\rho=10.0\text{mg}/\text{L}$ ]、铈(Rh) [ $\rho=10.0\text{mg}/\text{L}$ ]标准储备液。用硝酸 (3.1.3) 配成浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{L}$  的铷(Re)、铈(Rh)混合内标使用溶液。

## 4 仪器和设备

4.1 电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)。

4.2 微波消解仪。

4.3 敞开式电加热恒温炉。

4.4 分析天平: 感量为 0.000 1 g。

## 5 分析步骤

### 5.1 试样制备

准确称取混匀试样约 0.3g 于清洗好的聚四氟乙烯消解罐内。含乙醇等挥发性原料的保健食品如药酒等,先放入温度可调的 100℃ 恒温电加热器或水浴上挥发(不得蒸干)。根据样品消解难易程度,样品或经预处理的样品,先加入硝酸 3.0mL~5.0mL,再依次加入过氧化氢 1.0mL~2.0mL,使样品充分浸没。放入温度可调的恒温电加热设备中 100℃ 加热 30min 取下,冷却。

把装有样品的消解罐拧上罐盖,放进微波消解仪中。按照微波消解系统操作手册进行操作。推荐消解程序见表 1。

表 1 消解时温度时间程序

温度	升温时间 (min)	保持时间 (min)
120	5	3
160	5	3
180	5	20

根据样品消解难易程度可在 20min~40min 内消解完毕,取出冷却,开罐,将消解好的含样品的溶样杯放入温度可调的电加热器中 130℃ 加热至含酸量 2mL 以下,以水定容至 25mL。

### 5.2 仪器参考条件

用调协液调整仪器各项指标,使仪器灵敏度、氧化物、双电荷、分辨率等指标达到要求。

仪器参考条件:

a) 射频功率: 1550w;

b) 等离子体氩气流速: 14L/min;

- c) 雾化器氩气流速：1mL/min；
- d) 采样深度：5mm；
- e) 雾化器：Barbinton；
- f) 雾化室温度：4℃；
- g) 采样锥与截取锥类型：镍锥；
- h) 模式：碰撞反应模式。

### 5.3 定量测定

#### 5.3.1 标准曲线的制作

在仪器最佳条件下，引入在线内标溶液（3.3.2），将混合标准系列工作液（3.3.1）分别按仪器参考条件（5.2）进行测定。得到各元素与相应内标计数值的比值（Ratio）。以混合标准工作液的浓度为横坐标，以各元素与相应内标计数值的比值（Ratio）为纵坐标，绘制标准曲线。

#### 5.3.2 试样溶液的测定

在仪器最佳条件下，引入在线内标溶液（3.3.2），将混合标准系列工作液（3.3.1）分别按仪器参考条件（5.2）进行测定。得到各元素与相应内标计数值的比值（Ratio）。根据标准曲线得到待测液中组分的浓度，平行测定次数不少于三次。试样待测液响应值若超出标准曲线线性范围，应用硝酸（0.5 mol/L）稀释后进行分析。

对每一元素，应测定可能影响数据的每一同位素，以减少干扰造成的分析误差。推荐测定的元素同位素见表 2。

表 2 推荐测定的同位素

元素	质量数
Na	23
Mg	24
K	39
Ca	44
Mn	55
Fe	57
Cu	63
Zn	66
Se	78

## 6 结果计算

结果按式（1）计算：

$$\omega(\text{元素}) = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V \times 1000}{m \times 1000 \times 1000} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

$\omega$ （元素）—样品中元素的质量分数，mg/kg；

$\rho_1$ —测试溶液中元素的质量浓度，ug/L；

$\rho_0$ —空白溶液中元素的质量浓度，ug/L；

$V$ —样品消化液总体积，mL；

$m$ —样品取样量，g。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留三位有效数字。

## 7 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

本方法负责起草单位为中国食品药品检定研究院。

方法的参与单位为天津市食品药品检验所、山东省食品药品检验研究院、厦门市食品检验所、四川省食品药品检验检测院、辽宁省食品检验检测院，主要负责方法的验证工作。

本方法的主要起草人为：李梦怡、董喆、曹进、王钢力、丁宏