

食品中多元素的测定

1 范围

本标准第一篇规定了食品中多元素测定的电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）和电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES）；第二篇规定了复配矿物质原料中多元素测定的电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES）。

第一篇第一法适用于食品中锂、硼、钠、镁、铝、磷、硫、钾、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、硒、铷、锶、钼、镉、锡、锑、钡、汞、铊、铅的测定；第一篇第二法适用于食品中铝、砷、硼、钡、钙、镉、钴、铬、铜、铁、钾、镁、锰、钼、钠、镍、磷、铅、硫、硒、锡、锶、钛、钒、锌的测定。

第二篇适用于复配矿物质原料中钙、铜、铁、钾、镁、锰、钠、磷、锌的测定。

第一篇 食品中多元素的测定

第一法 电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）

2 原理

试样经消解后，由电感耦合等离子体质谱仪测定，以元素特定质量数（质荷比， m/z ）定性，以待测元素质谱信号与内标元素质谱信号的强度比与待测元素的浓度成正比进行定量分析。

3 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为优级纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

3.1 试剂

3.1.1 硝酸（ HNO_3 ）。

3.1.2 高纯硝酸（ HNO_3 ）：杂质中目标元素的含量小于 $1\ \mu\text{g/L}$ 或重蒸馏。

3.1.3 氩气（Ar）：氩气（ $\geq 99.995\%$ ）或液氩。

3.1.4 氦气（He）：氦气（ $\geq 99.995\%$ ）。

3.1.5 L-半胱氨酸盐酸盐一水合物（ $\text{C}_3\text{H}_{10}\text{ClNO}_3\text{S}$ ，CAS:7048-04-6）： $\geq 98\%$ （薄层色谱级）。

3.1.6 金（Au）元素溶液：质量浓度为 $1\ 000\ \text{mg/L}$ 。

3.1.7 异丙醇（ $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$ ，CAS:67-63-0）：色谱纯。

3.2 试剂配制

3.2.1 硝酸溶液（5+95）：取 $50\ \text{mL}$ 硝酸，缓慢加入 $950\ \text{mL}$ 水中，混匀。

3.2.2 汞标准稀释液

3.2.2.1 汞标准稀释液 A: L-半胱氨酸盐酸盐一水合物 (2 g/L) 硝酸 (5+95) 混合溶液, 取 2 g L-半胱氨酸盐酸盐一水合物, 用硝酸溶液 (5+95) 溶解至 1 000 mL。

3.2.2.2 汞标准稀释液 B: 金 (200 µg/L) 硝酸 (5+95) 混合溶液: 取 0.2 mL 金 (Au) 元素溶液, 用硝酸溶液 (5+95) 稀释至 1 000 mL。

3.3 标准溶液

3.3.1 单元素标准贮备液 (1 000 mg/L 或 100 mg/L): 锂、硼、钠、镁、铝、磷、硫、钾、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、硒、铷、锶、钼、镉、锡、锑、钡、铊、铅, 采用经国家认证并授予标准物质证书的单元标准素贮备液, 也可选用多元素混合标准贮备液。

3.3.2 汞单元素标准贮备液 (1 000 mg/L 或 100 mg/L): 采用经国家认证并授予标准物质证书的单元标准素贮备液, 需单独配制标准系列。

3.3.3 单元素标准内标贮备液 (1 000 mg/L): 钐、铈、铟、铪、铼、铯等单元素标准贮备液, 也可选用多元素混合标准内标贮备液。

注: 当采用单元素标准配制混合标准溶液和内标溶液时, 需关注单元素标准中目标元素的杂质含量。

3.4 标准溶液配制

3.4.1 混合标准工作溶液: 吸取适量单元素标准贮备液或多元素混合标准贮备液, 用硝酸溶液 (5+95) 逐级稀释配成混合标准工作溶液系列, 配制方法及各元素质量浓度参见表 A.1~A.2。

3.4.2 汞标准工作溶液: 取适量汞标准贮备液, 用汞标准稀释液 (A 或 B) 逐级稀释配成标准工作溶液系列, 浓度范围参见表 A.3。

3.4.3 内标使用液: 取适量单元素内标贮备液或多元素内标贮备液, 用硝酸溶液 (5+95) 配制合适浓度的内标使用液, 内标使用液浓度参见 A.2。

注: 内标溶液中可适当加入异丙醇, 匹配试样消解不完全造成的砷、硒等元素的增敏效应 (配制方法参见表 A.4)。

4 仪器和设备

4.1 电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS)。

4.2 天平: 感量为 0.001 g 和 0.000 1 g。

4.3 微波消解仪: 配有聚四氟乙烯消解内罐。

4.4 压力消解器: 配有聚四氟乙烯消解内罐。

4.5 恒温干燥箱。

4.6 控温电热板或可调式电炉。

4.7 超声水浴箱。

4.8 试样粉碎设备: 匀浆机、高速粉碎机。

5 分析步骤

5.1 试样制备

5.1.1 固态试样

5.1.1.1 干试样

豆类、谷物、菌类、茶叶、干制水果、干制蔬菜、焙烤食品等低含水量试样，取可食部分，经高速粉碎机粉碎均匀；固体乳制品、蛋白粉、面粉等呈均匀状的粉状试样，混匀。

5.1.1.2 鲜（湿）试样

蔬菜、水果、水产品等高含水量试样，去除泥沙，洗净，沥干，取可食部分匀浆均匀；肉类、蛋类等试样取可食部分匀浆均匀。

5.1.1.3 速冻及罐头食品

经解冻的速冻食品及罐头试样，取可食部分搅拌、粉碎或匀浆均匀；冰激凌、奶酪等粘性大的食品，加热溶解后搅拌均匀。

5.1.2 液态试样

软饮料、调味品等试样摇匀。

5.1.3 半固态试样

搅拌或匀浆均匀。

5.2 试样消解

5.2.1 微波消解法

称取0.2 g~1 g试样（精确至0.001 g，含水分较多试样可适当增加取样量至3 g），或准确移取0.5 mL~3 mL试样于微波消解内罐中，含乙醇或二氧化碳的试样先在电热板上低温加热除去乙醇或二氧化碳，加入3 mL~5 mL硝酸（消解管内液体未满足仪器要求，可用水补充），加盖放置1 h或过夜，旋紧罐盖，按照微波消解仪标准操作步骤进行消解（消解参考条件参见表B.1）。冷却后取出，缓慢打开罐盖排气，用少量水冲洗内盖，将消解罐放在控温电热板上或超声水浴箱中，于100 °C加热30 min或超声脱气2 min~5 min，用水定容至25 mL或50 mL，混匀备用，同时做空白试验。

注：宜采用耐高压微波消解容器，避免消解过程中压力过大，导致元素损失，结果偏低。

5.2.2 压力罐消解法

称取0.2 g~2 g试样（精确至0.001 g，含水分较多试样可适当增加取样量至5 g）或准确移取0.5 mL~5 mL试样于消解内罐中，含乙醇或二氧化碳的试样先在电热板上低温加热除去乙醇或二氧化碳，加入3 mL~5 mL硝酸，放置1 h或过夜，旋紧不锈钢外套，放入恒温干燥箱消解（消解参考条件参见表B.1），于150 °C~170 °C消解4 h，冷却后，缓慢旋松不锈钢外套，将消解内罐取出，在控温电热板上或超声水浴箱中，于100 °C加热30 min或超声脱气2 min~5 min，用水定容至25 mL或50 mL，混匀备用，同时做空白试验。

注：对于锡含量高的试样，需要采用硝酸加1 mL盐酸进行消解。

5.3 仪器参考条件

5.3.1 仪器操作条件：仪器操作条件参见表 B.2；元素分析模式参见表 B.3。

注：对没有合适消除干扰模式的仪器，需采用干扰校对方程对测定结果进行校正，铅、镉、砷、钼、硒、钒等元素干扰校对方程参见表B.4。

5.3.2 测定参考条件：在调谐仪器达到测定要求后，编辑测定方法，根据待测元素的性质选择相应的内标元素，待测元素和内标元素的 m/z 参见表 B.5。

5.4 标准曲线的制作

将混合标准工作溶液和汞标准工作溶液引入电感耦合等离子体质谱仪中，测定待测元素和内标元素的信号响应值，以待测元素的浓度为横坐标，待测元素与所选内标元素信号响应值的比值为纵坐标，绘制标准曲线。

5.5 试样溶液的测定

将空白和试样溶液分别引入电感耦合等离子体质谱仪中，测定待测元素和内标元素的信号响应值，根据标准曲线得到消解液中待测元素的浓度。

注：上机测试中，建议用汞标准稀释液清洗进样系统。

6 分析结果的表述

试样中待测元素含量按式（1）计算：

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times f}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X ——试样中待测元素含量，单位为毫克每千克或毫克每升（mg/kg 或 mg/L）；
- ρ ——试样溶液中被测元素质量浓度，单位为微克每升（μg/L）；
- ρ_0 ——试样空白液中被测元素质量浓度（消化空白与试样同倍稀释），单位为微克每升（μg/L）；
- V ——试样消化液定容体积，单位为毫升（mL）；
- f ——试样稀释倍数；
- m ——试样称取质量或移取体积，单位为克或毫升（g 或 mL）；
- 1 000——换算系数。

当元素含量大于等于 0.1 mg/kg 或 mg/L 时，计算结果保留三位有效数字；当元素含量小于 0.1 mg/kg 或 mg/L 时，计算结果保留两位有效数字。

7 精密度

试样中各元素含量大于1 mg/kg时，在重复性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10 %；小于等于1 mg/kg且大于0.1 mg/kg时，在重复性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15 %；小于等于0.1 mg/kg 时，在重复性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 %。

8 其他

试样以0.5 g（mL）或2.0 g（mL）定容至50 mL计算，各元素的方法检出限和方法定量限见表1。

表 1 电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）检出限及定量限

序号	元素名称	元素符号	检出限		定量限	
			mg/kg（mg/L）		mg/kg（mg/L）	
			取样量 0.5 g（mL）	取样量 2.0 g（mL）	取样量 0.5 g（mL）	取样量 2.0 g（mL）

1	锂	Li	0.2	0.05	0.5	0.2
2	硼	B	0.3	0.1	1	0.3
3	钠	Na	1	0.3	3	1
4	镁	Mg	1	0.3	3	1
5	铝	Al	0.5	0.2	2	0.5
6	磷	P	10	3	30	10
7	硫	S	100	30	300	100
8	钾	K	1	0.3	3	1
9	钙	Ca	1	0.3	3	1
10	钛	Ti	0.02	0.005	0.05	0.02
11	钒	V	0.002	0.000 5	0.005	0.002
12	铬	Cr	0.05	0.02	0.2	0.05
13	锰	Mn	0.1	0.03	0.3	0.1
14	铁	Fe	1	0.3	3	1
15	钴	Co	0.001	0.000 3	0.003	0.001
16	镍	Ni	0.2	0.05	0.5	0.2
17	铜	Cu	0.05	0.02	0.2	0.05
18	锌	Zn	0.5	0.2	2	0.5
19	砷	As	0.01	0.003	0.03	0.01
20	硒	Se	0.01	0.003	0.03	0.01
21	铷	Rb	0.2	0.05	0.5	0.2
22	锶	Sr	0.2	0.05	0.5	0.2
23	钼	Mo	0.01	0.003	0.03	0.01
24	镉	Cd	0.002	0.000 5	0.005	0.002
25	锡	Sn	0.01	0.003	0.03	0.01
26	锑	Sb	0.01	0.003	0.03	0.01
27	钡	Ba	0.02	0.005	0.05	0.02
28	汞	Hg	0.001	0.000 3	0.003	0.001
29	铊	Tl	0.000 1	0.000 03	0.000 3	0.000 1
30	铅	Pb	0.02	0.005	0.05	0.02

注：·乳及乳制品、特殊膳食用食品中铬、锰、铅的方法检出限及定量限：采用高纯硝酸，当试样以 0.5 g（mL）定容至 25 mL 计算，铬、锰、铅的检出限分别为 0.02 mg/kg（mg/L）、0.002 mg/kg（mg/L）、0.005 mg/kg（mg/L），定量限分别为 0.05 mg/kg（mg/L）、0.005 mg/kg（mg/L）、0.02 mg/kg（mg/L）；当试样以 2.0 g（mL）定容至 25 mL 计算，铬、锰、铅的检出限分别为 0.005 mg/kg（mg/L）、0.001 mg/kg（mg/L）、0.002 mg/kg（mg/L），定量限分别为 0.02 mg/kg（mg/L）、0.003 mg/kg（mg/L）、0.005 mg/kg（mg/L）。

第二法 电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES）

9 原理

试样消解后，由电感耦合等离子体发射光谱仪测定，以元素的特征发射光谱谱线波长定性；待测元素谱线信号强度与元素浓度成正比进行定量分析。

10 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为优级纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

10.1 试剂

10.1.1 硝酸（HNO₃）。

10.1.2 高氯酸（HClO₄）。

10.1.3 氩气（Ar）：氩气（≥99.995%）或液氩。

10.2 试剂配制

10.2.1 硝酸溶液（5+95）：取 50 mL 硝酸，缓慢加入 950 mL 水中，混匀。

10.2.2 硝酸+高氯酸（10+1）：取 10 mL 高氯酸，缓慢加入 100 mL 硝酸中，混匀。

10.3 标准溶液

10.3.1 单元素标准贮备液（1 000 mg/L 或 10 000 mg/L）：铝、砷、硼、钡、钙、镉、钴、铬、铜、铁、钾、镁、锰、钼、钠、镍、磷、铅、硫、硒、锡、锑、钛、钒、锌，采用经国家认证并授予标准物质证书的单元素标准贮备液，也可选用多元素混合标准贮备液。

10.3.2 标准溶液配制：精确吸取适量单元素标准贮备液或多元素混合标准贮备液，用硝酸溶液（5+95）逐级稀释配成混合标准工作溶液系列，各元素质量浓度参见表 A.5。

11 仪器和设备

11.1 电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）。

11.2 天平：感量为 0.001 g 和 0.000 1 g。

11.3 微波消解仪：配有聚四氟乙烯消解内罐。

11.4 压力消解器：配有聚四氟乙烯消解内罐。

11.5 恒温干燥箱。

11.6 控温电热板或可调式电炉。

11.7 马弗炉。

11.8 试样粉碎设备：匀浆机、高速粉碎机。

11.9 石墨消解装置。

12 分析步骤

12.1 试样制备

同5.1

12.2 试样消解

12.2.1 微波消解法

同5.2.1。

12.2.2 压力罐消解法

同5.2.2。

12.2.3 湿式消解法

称取0.5 g~5 g（精确至0.001 g）或准确移取2.00 mL~10.0 mL试样于玻璃或聚四氟乙烯消解器皿中，含乙醇或二氧化碳的试样先在电热板上低温加热除去乙醇或二氧化碳，加10 mL硝酸+高氯酸（10+1）混合溶液，于电热板上或石墨消解装置上消解，消解过程中消解液若变棕黑色，可适当补加少量混合酸，直至冒白烟，消化液呈无色透明或略带黄色，冷却，用水定容至25 mL或50 mL，混匀备用；同时做空白试验。

12.2.4 干式消解法（砷、镉、铅、硫、硒和锡等元素除外）

称取1 g~5 g（精确至0.01 g）或准确移取10.0 mL~15.0 mL试样于坩埚中，在电炉上微火碳化至不再冒烟，再置于500 °C~550 °C的马弗炉中灰化5 h~8 h，冷却。若灰化不彻底有黑色炭粒，则冷却后滴加少许硝酸湿润，在电热板上干燥后，移入马弗炉中继续灰化成白色灰烬，冷却取出，加入10 mL硝酸溶液溶解，并用水定容至25 mL或50 mL，混匀备用；同时做空白试验。

注：可根据试样中目标元素的含量水平和检测水平要求选择相应的消解方法及消解容器。

12.3 仪器参考条件

优化仪器操作条件，使待测元素的灵敏度等指标达到分析要求，编辑测定方法、选择各待测元素合适分析谱线，仪器操作参考条件参见B.3，待测元素推荐分析谱线参见表B.6。

12.4 标准曲线的制作

将标准工作溶液引入电感耦合等离子体发射光谱仪中，测定待测元素分析谱线的强度信号响应值，以待测元素的浓度为横坐标，其分析谱线强度信号响应值为纵坐标，绘制标准曲线。

12.5 试样溶液的测定

将空白和试样溶液分别引入电感耦合等离子体发射光谱仪中，测定待测元素分析谱线强度信号响应值，根据标准曲线得到消解液中待测元素的浓度。

13 分析结果的表述

试样中待测元素含量按式（2）计算：

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times f}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

X ——试样中待测元素含量，单位为毫克每千克或毫克每升（mg/kg 或 mg/L）；

ρ ——试样溶液中被测元素质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ_0 ——试样空白液中被测元素质量浓度（消化空白与试样同倍稀释），单位为毫克每升（mg/L）；

V ——试样消化液定容体积，单位为毫升（mL）；

f ——试样稀释倍数；

m ——试样称取质量或移取体积，单位为克或毫升（g 或 mL）。

当元素含量大于等于 0.1 mg/kg 或 mg/L 时，计算结果保留三位有效数字，当元素含量小于 0.1 mg/kg 或 mg/L 时，计算结果保留两位有效数字。

14 精密度

同7。

15 其他

试样以0.5 g（mL）或2.0 g（mL）定容至50 mL计算，各元素的方法检出限和方法定量限见表2。

表 2 电感耦合等离子体发射光谱法（ICP-OES）检出限及定量限

序号	元素名称	元素符号	检出限		定量限	
			mg/kg（mg/L）		mg/kg（mg/L）	
			取样量 0.5 g（mL）	取样量 2.0 g（mL）	取样量 0.5 g（mL）	取样量 2.0 g（mL）
1	铝	Al	0.5	0.2	2	0.5
2	砷	As	2	0.5	6	2
3	硼	B	0.5	0.2	2	0.5
4	钡	Ba	0.1	0.03	0.3	0.1
5	钙	Ca	5	2	20	5
6	镉	Cd	1	0.3	3	1
7	钴	Co	1	0.3	3	1
8	铬	Cr	2	0.5	6	2
9	铜	Cu	0.2	0.05	0.5	0.2
10	铁	Fe	1	0.3	3	1
11	钾	K	7	3	25	7
12	镁	Mg	5	2	20	5
13	锰	Mn	0.1	0.03	0.3	0.1
14	钼	Mo	1	0.3	3	0.8
15	钠	Na	3	1	10	3
16	镍	Ni	0.5	0.2	2	0.5
17	磷	P	5	2	20	6
18	铅	Pb	2	0.5	6	2
19	硫	S	10	3	30	8
20	硒	Se	5	2	15	4
21	锡	Sn	1	0.3	3	1
22	锶	Sr	0.2	0.05	0.5	0.2
23	钛	Ti	0.2	0.05	0.5	0.2

24	钒	V	0.5	0.2	2	0.5
25	锌	Zn	0.5	0.2	2	0.5

第二篇 复配矿物质原料中多元素的测定

16 原理

试样用硝酸溶解后，由电感耦合等离子体发射光谱仪测定，以元素的特征发射光谱谱线波长定性；待测元素谱线信号强度与元素浓度成正比进行定量分析。

17 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为优级纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

17.1 试剂

17.1.1 硝酸 (HNO_3)。

17.1.2 盐酸 (HCl)。

17.1.3 氩气 (Ar)：氩气 ($\geq 99.995\%$) 或液氩。

17.2 试剂配制

17.2.1 硝酸溶液 (10 + 90)：取 100 mL 硝酸，缓慢加入 900 mL 水中，混匀。

17.2.2 硝酸溶液 (4 + 96)：取 40 mL 硝酸，缓慢加入 960 mL 水中，混匀。

17.3 标准溶液

17.3.1 元素标准贮备液 (1 000 mg/L 或 10 000 mg/L)：钙、铜、铁、钾、镁、锰、钠、磷、锌，采用经国家认证并授予标准物质证书的单元素或多元素混合标准贮备液。

17.3.2 标准溶液配制：精确吸取适量单元素标准贮备液或多元素混合标准贮备液，用硝酸溶液 (4 + 96) 逐级稀释配成混合标准工作溶液系列，各元素质量浓度参见附录 C.1。

18 仪器和设备

18.1 电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICP-OES)。

18.2 分析天平：感量 0.000 1 g。

18.3 超声波发生器。

18.4 高速粉碎机。

19 分析步骤

19.1 试样制备

对于复配矿物质原料呈均匀状的粉状样品，直接称取。对于非粉末状样品，经高速粉碎机粉碎均匀。

19.2 试样前处理

称取试样 0.5 g~1 g (精确至 0.000 1 g)，置于 50 mL 离心管，缓慢加入 20 mL 硝酸溶液 (10 + 90)，超声波发生器中超声处理 20 min (如有浑浊，可适当加热溶解或加 1 mL~1.5 mL 盐酸溶解)，冷却至室温后，转移至 50 mL 容量瓶中，用水定容。根据样品中矿物质标示量，用硝酸溶液 (4 + 96) 将样品溶液进行适当稀释，混匀。同时做空白试验。

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/158036143067006023>