

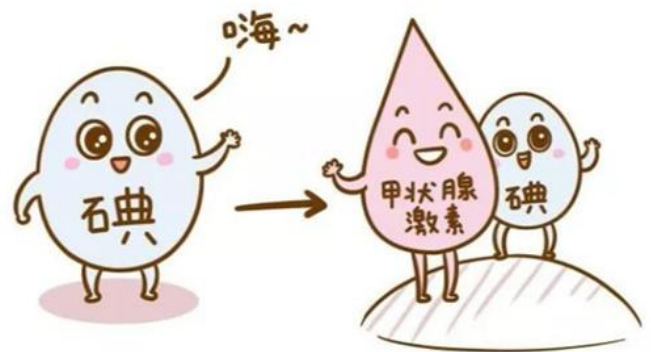


## Application Example –PlasmaQuant MS

### 1.背景介绍

碘作为一种人体必需的非金属微量元素，主要功能是参与甲状腺素的合成。人体中碘主要来源于食品，食物碘含量可以参考《中国食物成分表》，因此食品中总碘的研究一直备受关注，食品中碘形态以碘酸盐、碘化物、单质碘和有机碘形式存在，准确测定食品中碘对于人体健康和经济发展具有十分重要的意义。

在即将实施的 GB 5009.267-2020《食品安全国家标准食品中碘的测定》采用了 ICPMS 作为第一法。该标准将代替 GB 5009.267-2016《食品安全国家标准 食品中碘的测定》、SN/T3154-2012《出口藻类植物中碘含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》。该方法要点是食品经四甲基氢氧化铵溶液提取，采用 ICP-MS 检测。具有快速、低检出限、适用范围广等优点，其特别之处在于，所用溶剂为 0.5%TMAH，该溶液为高盐碱性溶液，对等离子体、进样系统具有一定挑战。



### 2.实验部分

#### 仪器方法

PlasmaQuantMS（德国耶拿），Pt 锥，iCRC，仪器参数参考表 1。

表 1 PlasmaQuant MS 配置参数

| 参数             | 说明          |
|----------------|-------------|
| RF 功率 (kW)     | 1.35        |
| 等离子气流量 (L/min) | 10.5        |
| 辅助气流量(L/min)   | 1.65        |
| 雾化气流量 (L/min)  | 0.98        |
| 泵速 (rpm)       | 10          |
| 采样深度(mm)       | 5           |
| iCRC 气体设置      | He-80ml/min |
| 雾化室温度 (°C)     | 3           |

## Application Example –PlasmaQuant MS

### 试剂

25%四甲基氢氧化铵 $[(CH_3)_4NOH]$ 水溶液：英文缩写名称 TMAH，AR，阿拉丁。

I, Rh, In, Re 单元素标准溶液：1000mg/ml，国家有色金属及电子材料分析中心。

提取液(5 %TMAH)：量取 100m L 25% 四甲基氢氧化铵水溶液，用水稀释至 500mL，用于样品前处理。

稀释液(5 %TMAH)：量取 10m L 25% 四甲基氢氧化铵水溶液，用水稀释至 500mL，用于标准溶液的配制和样品溶液的稀释。

标准溶液配置：用 0.5%TMAH 将 I 元素标准溶液逐级稀释成 0, 0.1, 0.5, 1, 5, 10, 20ng/mL。

内标溶液：5 $\mu$ g/LRh, In, Re 混合溶液，0.5%TMAH 介质，在线引入内标。

注意：TMAH 有毒性，通过皮肤接触或者吸入会抑制呼吸肌肉群，造成呼吸肌肉停止，导致吸入者脑部缺氧死亡。故实验过程避免接触 TMAH。

### 样品

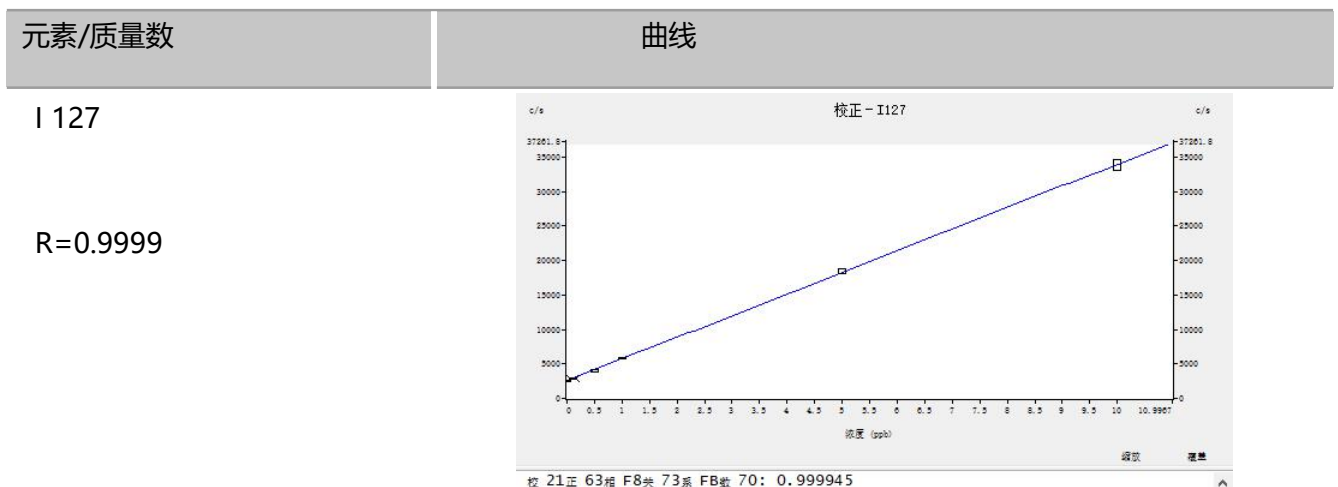
GBW10014a(GSB-5a)、牛肉粉

### 样品前处理

参照 GB 5009.267-2020: 称取试样 0.2500 g (精确到 0.0001 g) 于加入 5 m L 提取液的 50m L 塑料离心管中，涡旋 1 min，使样品充分分散均匀，旋紧盖子，置于 85 $^{\circ}$ C $\pm$  5  $^{\circ}$ C 恒温干燥箱 3h (每隔半小时取出振荡)，冷却，用水定容至 50m L，离心，取上清液用 0.45 $\mu$ m 过滤膜过后，待测。同时做试剂空白、加标回收。

## 3.结果与讨论

### 3.1 标准曲线



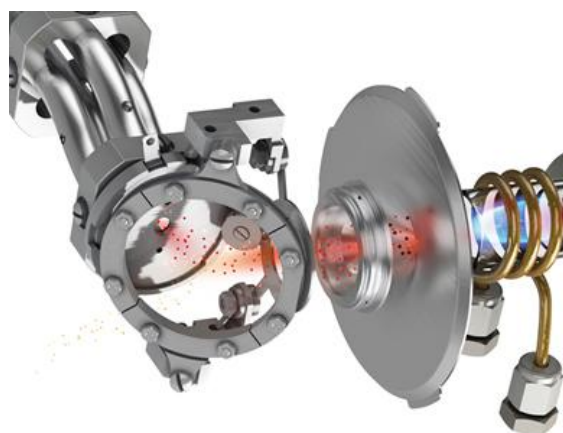
## Application Example –PlasmaQuant MS

### 3.2 测试结果及加标回收率

| 样品     | 测试值(ng/ml) |        | 结果<br>(mg/kg) | 标准值<br>(mg/kg) | 加标回收率 (%) |         |
|--------|------------|--------|---------------|----------------|-----------|---------|
|        | 1          | 2      |               |                | 加标 0.5ppb | 加标 5ppb |
| GSB-5a | 3.525      | 3.560  | 0.708         | 0.7±0.2        |           |         |
| 牛肉粉    | 0.2983     | 0.2957 | 0.0594        |                | 101.68    | 101.06  |

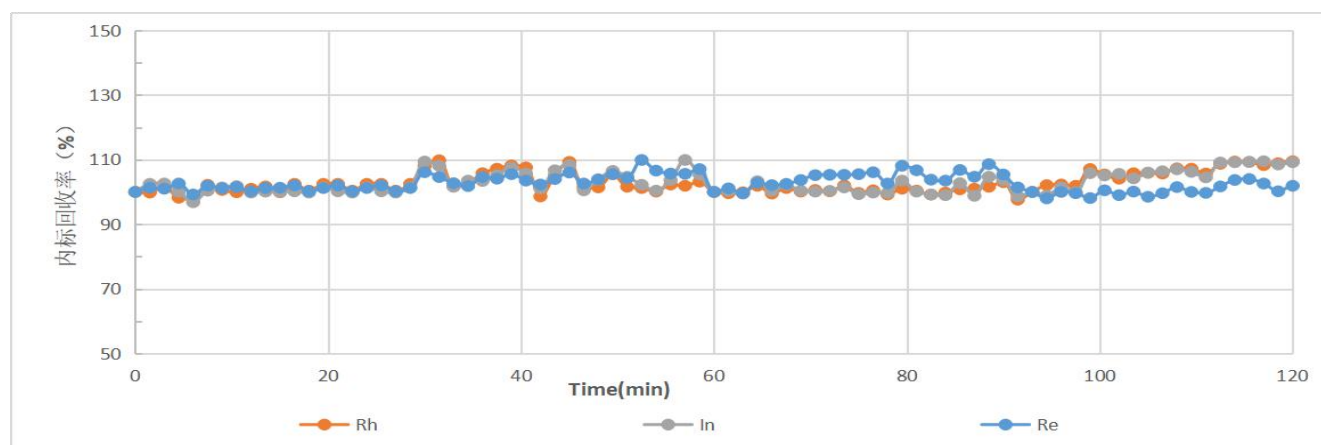
### 3.3 方法检出限

采用 PlasmaQuant MS 对 GB5009.267-2020 中 ICPMS 方法进行验证, 按照标准中提到的以 0.5g 取样量, 定容至 50mL 计算, 可获得 0.00136mg/kg 方法检出限, 远低于标准要求的 0.01mg/kg, 这得益于 PlasmaQuant MS 具有极高的灵敏度, 这是由于 PlasmaQuant MS 的核心技术是一种三维离子光学器件, 它不仅能将入射离子反射 90°与光子、中子等杂质分离, 而且能根据离子动能将其聚焦到四极杆入口处, 这种无损失的离子传输使仪器获得前所未有的灵敏度。



### 3.4 稳定性

0.5%TMAH 为高盐基体, 长时间进样十分考验仪器稳定性。为验证仪器稳定性, 对 0.5% TMAH 连续分析 2h 以上, 内标 (Re、In 和 Rh) 回收率均在 95%~110%之间。运行一天下来, 锥孔无盐分堆积。说明仪器稳定性良好, 证明 PlasmaQuant MS 强健的等离子体及接口可长时间轻松应对 0.5%TMAH 基体分析。



## 4. 结论

这项工作表明, PlasmaQuant MS 为食品中碘提供了快速准确的分析。该方法定量线性范围为 0.1~20mg/L, 相关系数  $r=0.9999$ , 加标回收率为 101%~101.7%, 方法检出限为 0.00136mg/kg, 可以轻松满足 GB5009.267-2020 食品中碘的测定要求。



# 中华人民共和国国家标准

GB 5009.267—2020

---

## 食品安全国家标准 食品中碘的测定

总部地址: 广州市黄埔区科学大道112号绿地中央广场A1栋2201室

东南科仪官网: [www.sinoinstrument.com](http://www.sinoinstrument.com)

联系方式: 020-66618088

邮箱: [dongnan@sinoinstrument.com](mailto:dongnan@sinoinstrument.com)

