

使用Hansel iQuad 2300 ICP-MS 定量测 试奶粉中的碘元素

作者 仵文旺 衡昇质谱（北京）仪器有限公司

使用iQuad 2300 型ICP-MS测定奶粉 中碘元素的方法开发实验



前言

碘作为人体生长发育必需的微量元素，准确测定奶粉中碘含量对保障人体健康至关重要。

2020年，GB 5009.267-2020《食品安全国家标准 食品中碘的测定》发布，将ICP-MS作为测试食品中碘的第一法。^[1]

电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）灵敏度高、抗干扰性强、前处理简单，该方法已经被广泛采用。但在实际使用中，仍然存在一系列的问题。

本文使用 iQuad 2300 ICP-MS 系统性地研究了 GBW10017a (GSB-8a) 奶粉标准物质中的碘含量测定：通过不同称样量均准确测定了碘的含量；经实验以 Te 为内标是最佳选择，进行了 12 次的加标回收率实验，加标回收率范围：106%-111%，RSD 为 1%；连续测试 100 次样品，精密度为 1%。充分证明了 iQuad 2300 型 ICP-MS 对该奶粉类样品中碘的定量能力与较强的基体耐受性，同时梳理出若干测试问题与细节，供同行参考。

实验部分

样品和试剂

GBW10017a (GSB-8a) 奶粉标准物质，25%TMAH（分析纯），甲醇（HPLC），超纯水

元素标准溶液

1000 ppm I, Rh, In, Tb, Ir, Bi, Re 元素单标

前处理过程

称取试样 0.25g；0.5g 于 50ml 的 PP 材质塑料离心管中，加入 5ml 提取液（5%TMAH），涡旋 1min，使样品充分分散均匀，旋紧盖子，置于 85°C 恒温干燥箱每隔半小时取出振摇，提取 3h，冷却，用水定容至 50ml。并以 3500 r/min 的转速，离心 10min，取上层清液用 0.45μm 过滤膜过滤后，备用，同时做试剂空白。

加标溶液制备：提取，加入 50μl 浓度为 20μg/ml 的碘元素储备液，其余步骤与样品制备过程保持一致。

仪器与方法关键参数

使用 Hansel iQuad 2300 型 ICP-MS 进行分析，软件的自动调谐优化。

表 1 2300 ICP-MS 运行条件

参数	数值
RF 功率 (W)	1400
采样深度 (mm) ^a	10
提取透镜电压 (V)	-150
聚焦透镜 (V)	-10
动能歧视电压 (V)	7
等离子体气流量 (L/min)	15
氩气流速 (mL/min)	4.5
进样方式	三通蠕动泵进样
雾化器类型	玻璃同心雾化器
氧化物水平	2%

^a 此处采样深度的含义是：样品锥锥口与线圈之间的距离

结果与讨论

1. 碘元素的校准曲线和检出限

0.5% TMAH 水溶液, R^2 优于 0.99999, 线性范围设定为 1-100 $\mu\text{g/l}$, I 的 IDL 达到 0.053 $\mu\text{g/l}$, 以取样量 0.5g, 定容至 50ml 计算: 方法检出限约为 0.0053mg/kg, 0.018mg/kg。优于 GB5009.267-2020 中的检测限和定量限要求 (分别为 0.01 mg/kg 和 0.03mg/kg)。

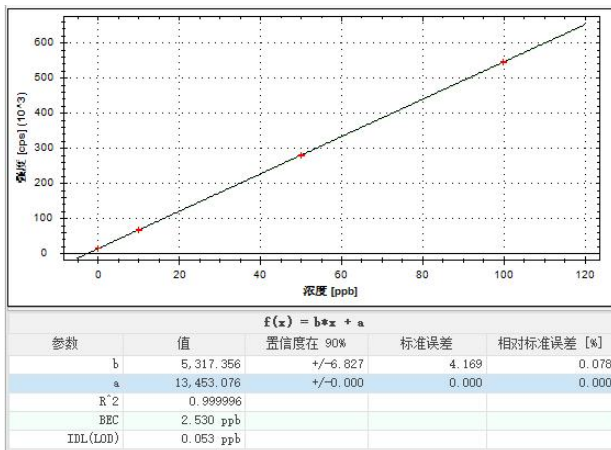


图 1: I 元素线性图

这里需要说明的是: 线性的 BEC 高达 2.53 $\mu\text{g/l}$, 大概率是 TMAH 原料中含有碘杂质, 分析纯级别 TMAH 并没有进行提纯, 导致含有痕量的碘元素杂质。

在碘 BEC 如此之高的情况下, 从线性图分析可知, 线性最低点的极限约为 0.17 $\mu\text{g/l}$, 无法满足标准中线性最低浓度的 0.1 $\mu\text{g/l}$ 。因本次实验选用样品中碘含量较高, 所以对本文实验数据无影响。想要把线性做到 0.1 $\mu\text{g/l}$, 唯有采购控制碘含量的试剂, 比如 G3 级别的 TMAH。

2. 基体效应与内标选定

在 GB 5009.267-2020 原文中, 推荐了 Rh, In, Te, Re 作为内标以尽可能消除碘的基体效应与信号漂移。在某些文献^[2]中, 提及 Ir 由于其电离能与碘接近, 是校正碘元素基体效应较好的内标, 此外 Tb 与碘 127 质量数差异不大, 本工作一起考察这 6 个内标在 iQuad2300 上测试奶粉中的碘含量的适用性。

标准方法中建议对于复杂基质的样品, 内标中可添加适量异丙醇, 使其体积分数为 1%-2%。本实验以 0.5% 的 TMAH, 2% 甲醇水溶液 (v/v) 为内标溶液基体; Ir, Te 浓度配制为 100 $\mu\text{g/l}$, 其余四个内标浓度为 10 $\mu\text{g/l}$ 。

2.1 通过数据稳定性筛选内标

名称	Te	Rh	In	Tb	Re	Ir
内标						
样品 1 250mg	3.35	3.48	3.35	3.31	3.27	3.27
样品 2 250mg	3.29	3.45	3.37	3.38	3.31	3.31
样品 3 250mg	3.36	3.44	3.32	3.44	3.35	3.35
样品 4 250mg	3.35	3.47	3.38	3.46	3.43	3.43
样品 5 500mg	3.39	3.62	3.35	3.49	3.55	3.55
样品 6 500mg	3.36	3.59	3.43	3.61	3.67	3.67
平均值/ppm	3.35	3.51	3.37	3.45	3.43	3.43
SD	0.03	0.08	0.04	0.10	0.15	0.15
RSD	1.0%	2.2%	1.1%	2.9%	4.5%	4.5%

表 2 使用不同内标对测试结果稳定性的影响

在样品基体测试过程中内标的整体行为应与待测元素近似, 这样才可以起到良好的校正作用。表 2 是制备的四个 250mg 样品和两个 500mg 样品的测试结果汇总。

显而易见: Te 与 In 校正得到的 I 测试结果稳定性显著优于其他内标元素。In115, Te128 (I125 亦可) 是与 I127 质量数最接近的两个内标, 这也在一定程度上说明了内标与待测物质量数接近的重要性。

2.2 加标回收率实验

样品	Te 校正的回收率	In 校正的回收率
加标样品 1	107%	112%
加标样品 2	106%	109%
加标样品 3	107%	109%
加标样品 4	111%	110%
加标样品 5	110%	107%
加标样品 6	107%	107%
加标样品 7	107%	102%
加标样品 8	109%	105%
加标样品 9	110%	105%
加标样品 10	109%	109%

加标样品 11	109%	108%
加标样品 12	109%	106%
平均值	108%	107%
RSD	1%	2%

表 3 对称量 250mg 定容到 50ml 溶液加标 20 μ g/l 的回收率实验结果汇总表

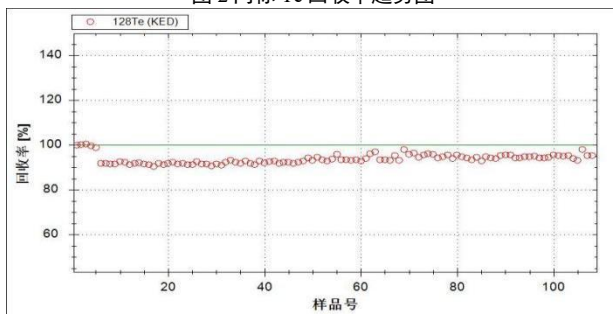
通过加标回收率，进一步量化 In 与 Te 校正 I 的效果，加标回收率分别为 108%，107% 基本一致，但 Te 的 RSD1% 显著小于 In 的 2%。

这种现象可能和电离度有关系：ICP 温度 6680K，电子密度 $1.5 \times 10^5 \text{ cm}^{-3}$ 下 I, Te, In 的电离度分别为 29%、66%、99%^[3] 以下仅考察连续测定 100 次的称量 250mg 定容到 50ml 溶液的稳定性。

3. 测试结果的稳定性与正确度

测试结果稳定性最直观的方式是观察内标回收率的变化，我们在不做任何清洗程序的情况下连续测试 100 针消解好的 GSB8a 溶液，Te 的回收率如图 2：稳定在 90%-97% 之间，是比较理想的 ICP-MS 测试状态。

图 2 内标 Te 回收率趋势图



测试结果如下图：平均值为 3.31 ppm，RSD 为 1.4%，具有良好的精密度。结果的两倍标准差为 0.091，测试结果表示为 3.22- 3.40ppm，证书标示值为 1.7ppm-3.5ppm，正确度符合要求。

未经清洗的情况下，连续测试100次的的数据

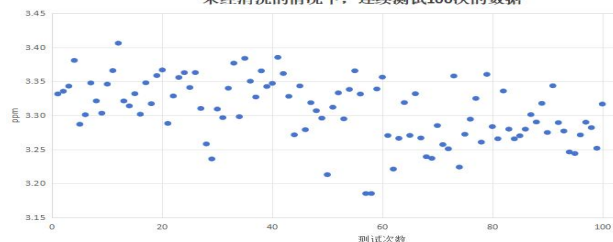


图 3 未经冲洗连续测试 100 次的的数据

从图 3 和表 3 连续测试的结果无显著增加与降低趋

势可知：碘元素的记忆效应得到很好的抑制。

GSB8a 中碘元素的证书值范围较宽，这可能是碘元素分布不均，而包装之间的不确定度大所致。

结论

本工作证明了衡昇 iQuad 2300 型 ICP-MS 适用于 GB 5009.267-2020，内标选择标准中的 Te，正确度，精密度高，测试数据稳定。本方法探讨了一些测试细节，可供同行参考之用。

参考资料

1. GB 5009.267-2020: 食品安全国家标准 食品中碘的测定》
2. NUNES T S D, SCHMIDT L D, PETERSON K D. Iodine and bromine analysis in human urine and serum by ICP-MS, tailored for high-throughput routine analysis in population-based studies[J]. Analytica, 2026, 7(6): 1-14.
3. R. S. Houk, V. A. Fassel, G. D. Flesch, H. J. Svec, A. L. Gray, and C. E. Taylor, "Inductively Coupled Argon Plasma as an Ion Source for Mass Spectrometric Determination of Trace Elements", Analytical Chemistry, 1980, 52 (14), 2283–2289.