

使用Hansel iQuad 2300 ICP-MS对乳制品中营养元素及重金属进行分析

作者 李孟婷/宋杰 衡昇质谱（北京）仪器有限公司

微波机器人结合 ICP-MS 对乳制品中 13 种元素进行分析



前言

乳制品是人类膳食中重要的营养来源，对婴儿和儿童更是如此。通过检测 Na、K、Mg、Ca、P 等常量元素以及 Fe、Mn、Cu、Zn 等微量元素的浓度，可以提供有价值的营养信息。另外还需要检测乳制品中的 As、Cr、Hg、Pb 等痕量的有害元素，用于监控可能来自环境或加工运输过程中的潜在污染。

相对于石墨炉原子吸收法，电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS) 具有灵敏度高、涵盖元素范围广、线性范围宽和干扰少等特点，非常适合用于多元素同时分析。在分析痕量元素的同时，其分析范围可拓宽至常量元素，大大提高了检测效率和样品通量，是食品样品中多元素分析的理想选择。

本文参照食品安全国家标准 GB 5009.268-2016，使用全自动微波消解机器人对婴幼儿配方奶粉及牛奶样

品进行快速全自动消解，并利用 ICP-MS 方法，一次进样，利用智能电子稀释功能，同时分析了 9 种营养元素 4 种有害元素，实现了一次进样，无需任何切换，同时分析高、低含量元素的高通量，准确定量。

实验部分

样品和试剂

文中检测使用样品购自超市，包括婴儿配方奶粉及牛奶；乳制品质控样由相关企业提供。参考《实验室质量控制规范 食品理化检测》(GB/T 27404-2008) 对分析方法进行验证。

用硝酸 ($\geq 65\%$, Sigma-Aldrich) 进行微波消解和标准品/样品前处理。使用 $18.2 \text{ M}\Omega\cdot\text{cm}$ (Millipore, Bedford, MA, USA) 去离子水 (DIW) 进行所有稀释。

标样

钠、镁、磷、钾、钙、锰、铁、铜、锌、铬、砷、铅、汞、钼、锆和铋单元素标准溶液（中科睿谱）。每组校准标样单独配制。

样品前处理

将样品 (0.5 g 奶粉或 1~2 g 液态奶) 和奶粉质控样 (0.5 g) 于消解罐中称重后，P3 超能微波机器人（屹尧科技）自动完成加酸、消解、冷却、开盖、定容等步骤：P3 内置三个独立的微波通道，每批运行的 3 个样品，分别加入 6mL 硝酸，在 P3 中进行全自动消解、定容。同法做样品空白。

表 1. 微波消解程序

温度 (°C)	程序升温时间 (min)	保持时间 (min)
140	0	1
170	0	1
190	0	5

仪器

采用 iQuad 2300 动能歧视模式 (He 碰撞模式) 测量，有效减少常见的基质多原子离子干扰。婴儿配方奶粉中通常 K, Na 等营养元素含量较高，而重金属又是微量甚至痕量级别的，利用 iQuad 2300 独特的电子稀释功能，对待测元素设置不同的稀释倍数，一次

ICP-MS 进样，同时得到营养元素和重金属的分析结果。

使用 ICP-MS 软件内的自动调谐功能对 ICP-MS 进行优化，优化完成后再将样品引入系统。所用仪器运行条件如表 2 所示。

表 2. 2300 ICP-MS 运行条件

参数	设置
雾化器	玻璃同心雾化器
雾室	玻璃旋流雾室
锥	镍锥
等离子气流量	14L/min
辅助气流量	0.8L/min
RF功率	1500W
驻留时间	0.05s
重复测量次数	3
电子稀释倍数	0 (K: 0.05、Na: 0.1)
测量模式	动能歧视模式（碰撞模式）

结果与讨论

标准曲线

将 13 个元素的混合标准溶液用 5% 的硝酸稀释，为了确保汞的稳定性，添加最终浓度为 200 μ g/L 的金元素到汞标准曲线溶液中。

13 种元素的线性相关性良好，相关系数 R^2 均大于 0.9995。表 3 统计了 13 种元素的测量范围和推荐使用的内标。

表 3. 标准曲线测量范围和内标

测量元素	测量范围	内标
Na	0~25 mg/L	45Sc
Mg	0~5 mg/L	45Sc
P	0~25 mg/L	45Sc
K	0~50 mg/L	45Sc
Ca	0~50 mg/L	45Sc
Mn	0~50 μ g/L	45Sc
Fe	0~1 mg/L	45Sc
Cu	0~50 μ g/L	74Ge
Zn	0~1 mg/L	74Ge
Cr	0~50 μ g/L	45Sc
As	0~50 μ g/L	74Ge
Pb	0~50 μ g/L	209Bi
Hg (含200 μ g/L Au)	0~5 μ g/L	209Bi

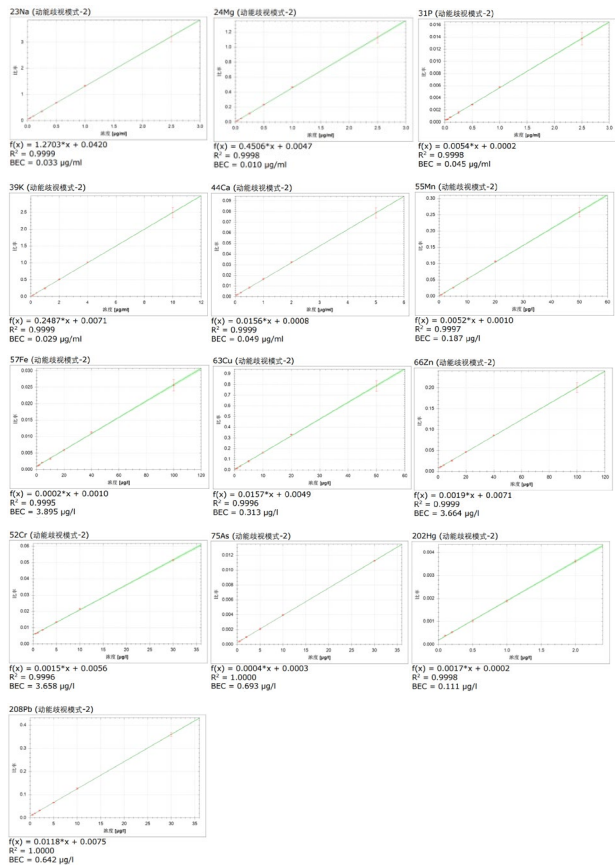


图 1. 13 种元素的校准曲线

正确度和加标回收率

为确定该方法的可靠性，使用 iQuad 2300 ICP-MS 在碰撞模式下测量质控样中的 9 种常量元素，如表 4 显示，所有元素的平均实测浓度与标准值一致。

表 4. 质控样品中包含的 9 种元素的实验数据

元素	线性 R^2	质控样品	RSD% n=3	理论值	质控范围	单位
23Na	0.9999	234.8	0.42	243.4	221.94-264.78	mg/100g
24Mg	0.9998	53.0	0.18	53.5	49.896-57.174	mg/100g
39K	1.0000	650.7	0.21	672.5	604.76-740.3	mg/100g
44Ca	0.9997	495.2	0.19	486.2	444.33-527.97	mg/100g
55Mn	0.9997	167.2	0.77	139.5	89.23-189.85	μ g/100g
57Fe	0.9999	8.17	1.5	8.26	7.317-9.201	mg/100g
63Cu	0.9995	448.5	1.4	449.6	411.44-487.82	μ g/100g
66Zn	0.9996	4.51	0.70	4.56	3.9984-5.1216	mg/100g
31P	0.9998	297.9	0.69	321.4	294.54-348.18	mg/100g

为验证 As、Hg、Pb、Cr 四种元素分析的可靠性，对这 4 种元素进行加标回收率测试。分别对样品进行低、中、高三种不同浓度的加标，计算每个元素的加标回收率，如表 5 所列。各种浓度下所有元素的回收率均处于 90%–110% 范围内，表明重金属元素的分析结果可靠。

表 5. 重金属回收率实验结果（单位：mg/kg）

元素	52Cr	75As	202Hg	208Pb
线性 R^2	0.99996	0.99996	0.99987	0.99998
样品值	0.0050	0.0016	0.0003	0.0007
样品加标 1 结果	0.0240	0.0065	0.0031	0.0103
样品加标 2 结果	0.0353	0.0169	0.0058	0.0203
样品加标 3 结果	0.2006	0.1072	0.0093	0.0500
加标值 1	0.0200	0.0050	0.0030	0.0100
加标值 2	0.0300	0.0150	0.0060	0.0200
加标值 3	0.2000	0.1000	0.0100	0.0500
加标回收率 1	95%	98%	94%	96%
加标回收率 2	101%	102%	93%	98%
加标回收率 3	98%	106%	90%	99%

结论

P3 超能微波机器人能够对乳制品样品进行全自动微波消解，iQuad 2300 ICP-MS 可以对消解后的乳品中 13 种元素进行准确定量分析。使用仪器的动能歧视模式和自动调谐功能，可简化方法开发。在独特的电子稀释功能和 iQuad 2300 系统的高灵敏度加持下，可以一次进样，同时分析常量元素（如 Na、K、Ca、Mg）和痕量元素（包括 Cr、As、Pb、Hg）。通过分析质控样中的 9 种营养元素的测试，及对 4 种污染物元素在方法检出限浓度附近进行加标回收率测试，对该方法的准确度进行评估。在所有情况下均获得了良好的标准值匹配或优异的回收率。iQuad 2300 ICP-MS 方法适用于对食品中的痕量元素和高浓度元素进行常规的多元素分析，确保实现对营养元素以及污染物的质量控制。

www.hansel-inst.com
衡昇质谱（北京）仪器有限公司

本文中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。