

利用Hansel iQuad 2300 ICP-MS 测试山梨糖醇中13种元素

作者 黄泽超 衡昇质谱（北京）仪器有限公司

使用 KED 模式对山梨糖醇中 13 种元素定量分析



前言

山梨糖醇作为一种性能优良的功能性糖醇，因其甜度适中、保湿性好、代谢不依赖胰岛素等特点，被广泛应用于食品、医药、日化等领域。随着产品质量要求不断提高，重金属残留已成为评价其安全性的重要指标。

在实际检测中，山梨糖醇基质复杂、含糖量高，易对仪器产生基质干扰，且重金属含量通常处于痕量水平，前处理过程易造成损失或污染，导致检测灵敏度与稳定性难以保证，如何实现快速、准确、稳定地测定山梨糖醇中重金属含量，仍是当前质量控制与分析研究中的重点与难点。

衡昇质谱生产的 iQuad 2300 ICP-MS 在山梨糖醇重金属检测中具有显著优势，仪器灵敏度高，检出限可达 ppt 级，可满足痕量元素精准测定需求。配备的碰撞反应池能有效消除高糖基质带来的多原子干扰，提升测试准确性。同时可实现多元素同步快速分析，稳定性好、通量高，为山梨糖醇的

质量安全与重金属控制提供了高效可靠的分析手段。

参照 GB5009.268-2025 第一法，利用衡昇质谱的电感耦合等离子体质谱仪，分析山梨糖醇中 13 种元素，为了使该方法能准确、可靠、始终如一地获得客观实际的检测数据，对该方法进行了验证。验证的项目包括重复性、线性及范围、准确度、正确度等，各项验证结果符合标准要求。

实验部分

样品和试剂

所使用样品均由客户提供，参照 GB5009.268-2025 第一法 电感耦合等离子体质谱法对分析方法进行验证。

用硝酸 ($\geq 65\%$, GR), 对水样进行酸化处理。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

使中国计量科学研究所的钠、钙、镁、铁、锰、铜、锌、铬、砷、铅等 13 种单标配制标准曲线，

使用 2% (v/v) 硝酸溶液由中国计量科学研究所制得含 Sc、Ge、Rh、Re 的内标 (ISTD) 溶液。

汞稳定剂: $200 \mu\text{g/L}$ 金标液 (2% (v/v) 硝酸溶液)

样品前处理

取约 0.4g 的样品，精密称取，于微波消解罐中，加入 1ml 双氧水和 6ml 硝酸，混匀后按照表 1 的消解程序进行微波消解。消解结束后取出消解罐，冷却至室温后，转移至 50mL 离心管中，用 2% 的硝酸定容至刻线，待测。

表 1. 微波消解仪升温程序

温度/ $^{\circ}\text{C}$	升温时间/min	保持时间/min
120	5	2
150	3	2
170	3	5
200	5	30

仪器

微波消解仪 M6 (屹尧科技)

使用标准 iQuad 2300 ICP-MS (衡昇质谱) 进行分析。使用氦气碰撞模式 (KED 模式) 去除质谱干扰。

使用 ICP-MS 软件内的自动调谐功能对 ICP-MS 进行优化。所用仪器运行条件及各元素电子稀释参数如表 1 所示。

表 2. 2300 ICP-MS 运行条件

参数	设置
RF 功率 (W)	1400
采样深度 (mm)	1.8
雾化器气体 (L/min)	1.00
雾化器	玻璃同心雾化器
雾室	玻璃旋流雾室
氦气流速 (mL/min)	4.50
测量模式	KED 模式

表 3. 电子稀释参数

元素名称	电子稀释参数
Ca	-0.50
Na	-0.31
Mg	-0.41
Mn	-0.41
Fe	-0.42
Cu	-0.33
Zn	-0.44
As	-0.50
Pb	-0.35
Cd	-0.50
Cr	-0.50
As	-0.50
Se	-0.52
Hg	-0.50

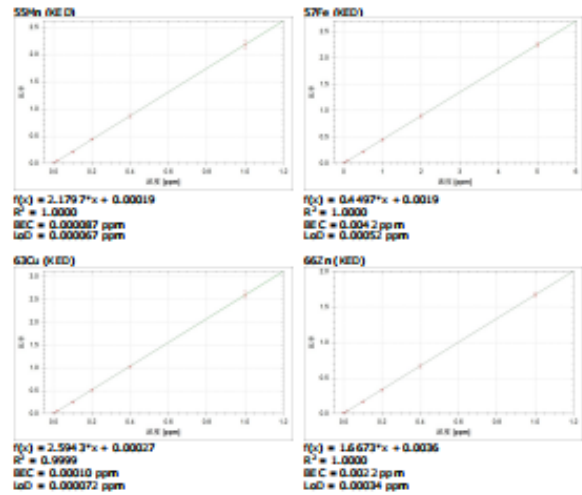


图 1. Mn、Fe、Cu、Zn 的标准曲线

表 4. 检出限和定量限

元素	实际测得		标准要求	
	MDL (mg/kg)	MLOQ (mg/kg)	MDL (mg/kg)	MLOQ (mg/kg)
Na	0.68	2.25	1	3
Mg	0.03	0.10	1	3
Ca	0.56	1.86	1	3
Mn	0.01	0.03	0.1	0.3
Fe	0.39	1.27	1	3
Cu	0.05	0.16	0.05	0.2
Zn	0.07	0.22	0.5	2
Cr	0.0009	0.0030	0.05	0.2
As	0.0032	0.0105	0.01	0.03
Se	0.0015	0.0050	0.01	0.03
Cd	0.0001	0.0005	0.002	0.005
Pb	0.002	0.006	0.02	0.05
Hg	0.0007	0.0023	0.001	0.003

结果与讨论

校准曲线、方法检测限 (MDL) 和方法定量限 (MLOQ)

图 1 显示了代表性元素的线性校准曲线。表 4 列出了方法空白重复分析 (n = 11) 得到的 DL (MDL) 和方法定量限 (MLOQ)。

重复性

验证衡昇 ICP-MS 在山梨糖醇样品检测中方法稳定、结果可靠、可复现，确保多次测定结果一致。对山梨糖醇样品进行加标，加标浓度见表 5。经测定，各元素相对标准偏差 (RSD) 均小于 5%，方法精密度良好，满足质量控制与标准方法对结果稳定性的基本要求。

表 5. 各元素的重复性结果

	样品浓度	RSD
		n=6
Na	1mg/L	3.4%
Mg	1mg/L	4.1%
Ca	1mg/L	3.0%

Mn	0.1mg/L	2.3%
Fe	0.5mg/L	1.5%
Cu	0.1mg/L	1.2%
Zn	0.1mg/L	1.5%
Cr	10 μg/L	2.3%
As	10 μg/L	1.1%
Se	10 μg/L	1.8%
Cd	1 μg/L	2.1%
Pb	10 μg/L	1.7%
Hg	1 μg/L	3.2%

山梨糖醇中痕量重金属的快速、准确检测，可为其质量安全控制提供可靠的技术支撑

准确度

为检查该方法在实际样品分析中的准确度，在实际样品中对 13 种元素进行高、中、低三浓度加标回收率测试，如表 6 所列。各种浓度下所有元素的回收率均处于 85% - 105% 范围内，表明 2300 ICP-MS 能够以良好的准确度对所有这些元素进行分析。

表 6. 各种浓度下所有元素的回收率

	加标量(μg/L)			加标回收率 (%)		
	A	B	C	A	B	C
Na	0.2	1	2	102.4%	87.7%	98.5%
Mg	0.2	1	2	100.8%	99.0%	105.7%
Ca	0.2	1	2	102.7%	103.2%	95.0%
Mn	0.02	0.1	0.2	97.7%	97.0%	97.4%
Fe	0.1	0.5	2	100.1%	96.6%	95.3%
Cu	0.02	0.1	0.2	97.8%	98.9%	99.8%
Zn	0.02	0.1	0.2	89.6%	100.6%	94.2%
Cr	1	10	20	85.6%	97.3%	96.4%
As	1	10	20	98.9%	100.8%	98.9%
Se	1	10	20	94.3%	99.8%	99.4%
Cd	0.1	1	2	98.3%	101.2%	99.4%
Pb	1	10	20	97.2%	100.4%	98.3%
Hg	0.1	1	2	105.1%	94.0%	101.3%

注 Ca、Na、Mg、Mn、Fe、Cu、Zn 加标量单位为 mg/L

结论

采用衡昇 ICP-MS 对山梨糖醇中重金属元素进行测定，该方法抗基质干扰能力强、灵敏度高、检出限低，能够有效消除高糖基体带来的干扰影响。方法重复性良好，多次测定结果 RSD 均小于 5%，精密度与准确度满足相关规范要求。整体表明，衡昇 ICP-MS 适用于

参考文献

1. GB5009.268-2025 食品中多元素的测定 第一法

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。