

使用 Hansel iQuad 2300 ICP-MS 对灭菌乳、发酵乳中重金属进行分析

作者 黄泽超 衡昇质谱（北京）仪器有限公司

使用 KED 模式对地灭菌乳、发酵乳中 Pb、Cr、As、Hg 种 4 种元素定量分析



前言

发酵乳和灭菌乳奶作为重要乳制品，其安全性备受关注。环境中铅、铬、砷、汞等重金属可能通过饲料、水源等途径迁移至乳品中，长期摄入危害健康。目前国内外均对乳制品重金属含量制定了严格限量标准。

衡昇质谱 ICP-MS 仪器凭借其高灵敏度、多元素快速分析能力和广泛的元素覆盖范围，在环境及食品检测领域获得了广泛应用。最新升级 iQuad 2300 ICP-MS 将分析动态范围提升至超过 10 个数量级，实现了牛奶样品中常量元素（Na、K、Ca 等）与痕量元素的同时测定。其改进的碰撞/反应池技术能有效消除复杂基质中的多原子干扰，确保检测结果的准确性。该仪器采用市场领先的稳定等离子体技术，配合可选配的超高基质进样系统，可处理总溶解固体含量高达 25% 的样品。结合与高样品通量的引入系统的不连续采样功能，使 2300 ICP-MS 成为食品样品多元素常规高通量检测的理想选择。

本文参照国家标准 GB 5009.268-2016 第一法，使用屹尧科技生产的 TOPEX+微波消解仪对样品消解，并利用衡昇质谱生产 ICP-MS 2300，通过智能电子稀释功能，单

次进样即可同步准确定量 4 种有害元素，无需模式切换，实现了高低含量元素的高通量精准分析。

实验部分

样品和试剂

所使用样品均由客户提供，参考《实验室质量控制规范 食品理化检测》（GB/T 27404-2008）和《食品安全国家标准 化学分析方法验证通则》（GB5009.295-2023）对分析方法进行验证。

用硝酸（≥ 65%，Sigma-Aldrich）和过氧化氢（AR）进行微波消解和标准品 / 样品前处理。使用 18.2 MΩ·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铅、铬、砷、汞 4 种单标，使用 2 % (v/v) 硝酸溶液由中国计量科学研究所制得含 Ge、Rh、Re 的内标 (ISTD) 溶液。

样品前处理

称取 1 g 样品置于微波消解仪内管中，加入 5ml 硝酸，1ml 过氧化氢，按照微波消解仪标准操作步骤进行消解（见表 1），消解完成后，将微波消解内管置于赶酸仪上赶酸，定容，备用。同法做样品空白。

表 1. 微波消解仪升温程序

温度 (°C)	升温时间 (min)	保留时间 (min)
120	0	2
150	0	2
170	0	2
190	0	25

仪器

使用 iQuad 2300 动能歧视模式（KED 模式）进行检测，显著降低基质多原子离子干扰。针对乳制品中高含量的 K、Na 等营养元素与痕量重金属共存的特点，借助 iQuad 2300 特有的电子稀释技术，可对目标元素设定差异化稀释参数，实现单次进样同步测定营养元素和重金属含量。

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 2 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)	0.8
雾化器气体 (L/min)	1.08
雾化器	玻璃雾化器
雾室	玻璃旋流雾化室

氦气流速 (mL/min)	4.30
测量模式	KED模式

表 3. 电子稀释参数设置

元素名称	电子稀释参数
52Cr	-0.5
75As	-0.5
202Hg	-0.5
208Pb	-0.5
74Ge	-0.5
103Rh	-0.38
185Re	-0.40

结果与讨论

校准曲线、方法检出限

将 4 个元素的混合标准溶液用 2% 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。

图 1 显示了 Pb 元素线性校准曲线。表 4 列出了方法空白分析 (n = 11) 得到的方法检出限。所有方法检出限均低于 GB 5009.268-2016 中要求的值。

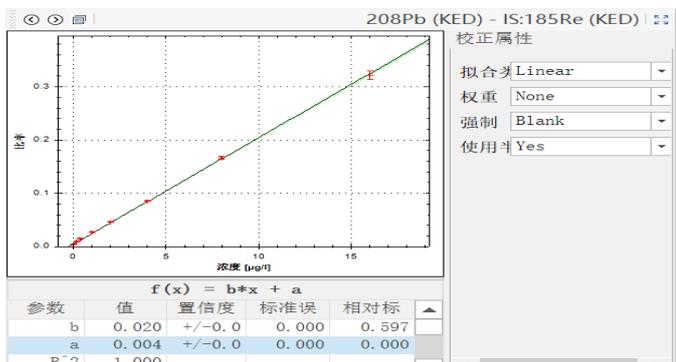


图 1. 标准曲线

表 4. 标准曲线范围与检出限

元素	测量范围	内标	实测测得 MDL(mg/kg)	标准要求 MDL(mg/kg)
52Cr	1-16 μ g/L	74Ge	0.0023	0.05
75As	0.4-8 μ g/L	74Ge	0.0005	0.002
202Hg	0.04-0.8 μ g/L	185Re	0.0003	0.001
208Pb	1-16 μ g/L	185Re	0.0004	0.02

ISTD 回收率测试

在 4 个小时的整个 ISTD 回收率测试中, 分析了 100 份溶液。如图 2 所示, 所有内标的所有 ISTD 回收率测量结果均处于 $\pm 20\%$ 限值范围内。结果表明 2300 ICP-MS 具有优异的稳定性和基质耐受性。分析序列中不存在显著的信号漂移,

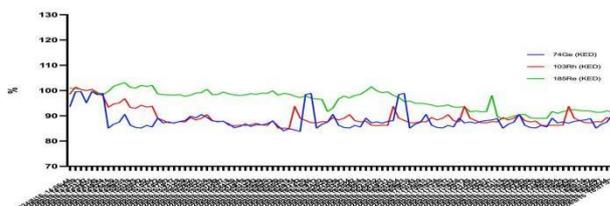


图 2. 4 小时运行期间总共测量了 100 份溶液分析过程中的 ISTD 稳定性。所有样品的 ISTD 回收率均根据校准空白进行归一化

精密度

在相同实验条件下, 对液态奶和发酵乳中各元素进行加标回收, 连续测定进行 6 次重复测定, 计算相对标准偏差 (RSD) 见表 5。

表 5. 各元素的相对标准偏差

	元素名称	加标量	RSD (%)	
		mg/kg	实际测得	标准要求
液态奶	52Cr	0.3	2.7	<15
	75As	0.12	1.5	<15
	202Hg	0.01	4.8	<20
	208Pb	0.02	0.7	<15
发酵乳	52Cr	0.3	2.5	<15
	75As	0.12	2.5	<15
	202Hg	0.01	2.6	<20
	208Pb	0.02	1.2	<15

加标回收率测试

为检查该方法在实际样品分析中的准确度, 在实际样品中对各元素进行高、中、低三浓度加标回收率测试, 如表 6 和表 7 所列。各种浓度下所有元素的回收率均处于 84%–112% 范围内, 表明 2300 ICP-MS 能够对良好的准确度对所有这些元素进行分析。

表 6. 灭菌乳各种浓度下所有元素的加标回收率

	加标量(mg/kg)			加标回收率 (%)		
	A	B	C	A	B	C
52Cr	0.05	0.15	0.3	87	93	98
75As	0.04	0.08	0.16	88	90	95
202Hg	0.005	0.01	0.02	112	94	97
208Pb	0.01	0.02	0.04	85	94	99

表 7. 发酵乳各种浓度下所有元素的加标回收率

	加标量(mg/kg)			加标回收率 (%)		
	A	B	C	A	B	C
52Cr	0.05	0.15	0.3	84	90	92
75As	0.04	0.08	0.16	87	94	92
202Hg	0.005	0.01	0.02	108	90	93
208Pb	0.01	0.02	0.04	89	91	104

结论

本研究采用衡昇质谱 2300 ICP-MS 对牛奶样品中的重金属元素进行了系统检测, 结果表明该技术完全适用于乳制品安全监测领域。仪器展现出的优异性能使其成为实验室日常检测的理想选择, 其高灵敏度可轻松满足最严格的食物安全标准要求, 即使对于含量极低的有害元素也能提供可靠的定量结果。

在实际应用中,该方法表现出显著的技术优势:宽动态范围设计使得常量营养元素和痕量污染物能够同步测定,大幅提升了检测效率;先进的抗干扰技术有效克服了牛奶复杂基质的分析挑战,确保数据真实可信

这些技术特点使得 ICP-MS 方法特别适合应用于乳制品生产企业的原料验收、过程控制和成品放行等关键环节,同时也为政府监管部门的食品安全抽查和市场监管提供了强有力的技术支撑。随着检测需求的不断提升,该方法通过进一步优化样品前处理流程,还可拓展应用于更多乳制品的质量安全监测,为保障乳品行业健康发展提供持续的技术支持。

参考文献

1. GB 5009.268-2016 食品安全国家标准 食品中多元素的测定 第一法
2. GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检测
3. GB5009.295-2023 食品安全国家标准 化学分析方法验证通则