

## 婴幼儿配方乳粉中 11 种元素的测定

### 摘要

本方案参考《GB 5009.268-2016 食品安全国家标准 食品中多元素的测定》建立了一种用 Ultra WAVE 超级微波消解前处理，LabMS 3000 电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）测定乳粉中钾、钙、钠、镁、铁、锰、铜、锌、硒、铬、钼 11 种元素的分析方法。

超级微波前处理用酸少，时间短，更高的温度消解更彻底，减少样品消解不完全的残碳带来的基体效应，LabMS 3000 碰撞反应池技术消除双原子分子对待测元素产生的质谱干扰，同时在线加入内标校正非质谱干扰效应，该方法准确简单快速。

### 关键词：

乳粉；食品；超级微波消解；电感耦合等离子体质谱仪；GB 5009.268-2016

### 1. 仪器设备

subCLEAN 高纯酸制备系统，Milestone；

TraceCLEAN 酸逆流清洗系统，Milestone；

Acid6 全自动加液仪，莱伯泰科；

MiniLab3000 液体处理平台，莱伯泰科；

UltraWAVE 超级微波消解系统，Milestone；

LabMS 3000 ICP - MS，莱伯泰科；



### 2. 标准溶液配制

采用 MiniLab3000 液体处理平台按照表 1 配置 11 种元素标准系列点的工作曲线。内标元素：20 $\mu\text{g/L}$  的混合内标（Ge、In、Rh、Re、Sc）。

表 1 各元素的标准溶度配制梯度

元素 / 标曲系列点	系列 1	系列 2	系列 3	系列 4	系列 5	系列 6
铜、锰、锌、铬、硒、钼 ( $\mu\text{g/L}$ )	5.0	10.0	50.0	100.0	200.0	500.0
钾、钠、钙、镁、铁 (mg/L)	0.5	1.0	5.0	10.0	20.0	50.0

### 3. 样品前处理

3.1 把待纯化的酸导入 subCLEAN 高纯酸制备系统中，运行相应程序，得到纯化好的酸。将需要清洗的消解罐放入到 TraceCLEAN 酸逆流清洗系统中，运行相应程序，待程序运行结束，将清洗好的罐体拿出，用纯水冲洗晾干待用。

3.2 称取 0.5g 左右样品放到消解罐中，加入 3mL 硝酸 +1mL 双氧水，按照表 2 设定的微波升温程序运行：

表 2 微波程序

步骤	时间	温度	功率
Step1	5min	160°C	1500W
Step2	5min	160°C	1500W
Step3	10min	240°C	1500W
Step4	10min	240°C	1500W

3.3 按照设定的程序运行完毕，待罐体冷却后取出，放置到赶酸器 120°C 进行赶酸，然后用超纯水定容至 50mL，摇匀后静置待测，采用相同的方法制备全流程样品空白。

### 4. ICP-MS 仪器条件

表 3 质谱仪条件

仪器参数	设定值	仪器参数	设定值
RF 功率 (W)	1300	碰撞气流速 (L/min)	3.8
等离子体气流量 (L/min)	13.5	泵速 (rpm)	40
辅助气流量 (L/min)	0.85	雾化器 / 雾化室类型	高盐 / 旋流雾室
载气流速 (L/min)	1.02	采样锥 / 截取锥材质	镍

## 5. 结论

### 5.1 标准曲线

用 MiniLab 3000 液体处理平台配置的标准曲线，经测试，所有元素线性相关系数大于 0.999。

表 4 11 种目标物校准曲线

序号	目标物	校准方程	r
1	Na	$y=19.187x$	0.9999
2	Mg	$y=8.232x$	0.9999
3	K	$y=15.582x$	0.9999
4	Ca	$y=0.052x$	0.9998
5	Cr	$y=0.323x$	0.9997
6	Fe	$y=16.183x$	0.9999
7	Mn	$y=0.174x$	0.9998
8	Cu	$y=0.089x$	0.9998
9	Zn	$y=0.011x$	0.9991
10	Se	$y=0.001x$	0.9998
11	Mo	$y=0.01x$	0.9994

## 5.2 检出限:

样品空白连续 11 次测定的 3 倍 SD 值，以取样量为 0.5 g，定容体积为 50 mL 时，11 种元素的方法检出限为 0.001mg/kg ~ 0.62 mg/kg，见表 5。

表 5 各元素的检出限及标准检出限

元素	GB5009.268-2016 标准检出限 (mg/kg)	LabMS3000 方法检出限 (mg/kg)	元素	GB5009.268-2016 标准检出限 (mg/kg)	LabMS3000 方法检出限 (mg/kg)
K	1	0.48	Mn	0.1	0.003
Ca	1	0.62	Zn	0.5	0.013
Na	1	0.11	Se	0.01	0.008
Mg	1	0.07	Mo	0.01	0.001
Fe	1	0.070	Cr	0.05	0.001
Cu	0.05	0.004			

## 5.2 准确性、精密度

采用 LabMS 3000 测定奶粉成分分析标准物质 GBW10017a (GSB-8a) 中 11 种元素含量，各元素方法检出限在 0.001 mg/kg ~ 0.62 mg/kg 之间，连续测定 7 次的方法精密度在 0.8% ~ 8.6% 之间，测量结果均落在标准值给定的范围内，准确度良好。

## 6. 方案特点

迈尔斯通的 subCLEAN 高纯酸制备系统和 TraceCLEAN 酸逆流清洗系统可满足痕量元素检测中高纯酸低本底以及消解罐无残留污染的实验要求，用 MiniLab 3000 液体处理平台配置的标准曲线，可避免手动配置的过程中人为偏差，重复性好，采用超级微波高温高压快速消解前处理，用酸量少、时间短、消解更彻底，LabMS 3000 测定标准物质奶粉 GBW10017a (GSB-8a) 中 11 种金属元素含量，通过方法检出限、标准物质回收率、精密度实验等结果表明：该方法检出限低、重现性好、准确度高，适用于婴幼儿配方乳粉或奶粉等食品样品的元素分析。

参考标准：GB 5009.268-2016 食品安全国家标准 食品中多元素的测定

售后服务热线

**400-070-8778**

北京莱伯泰科仪器股份有限公司  
地址:北京顺义天竺空港工业区B区安庆大街6号  
邮编: 101312  
电话: 010-80486450, 1, 2, 3, 4  
传真: 010-80486354  
www.labtechgroup.com



莱伯泰科公众号