

ICPMS-2030 分析奶粉中的营养元素及有害元素

摘要:采用微波消解奶粉样品,使用岛津ICPMS-2030型电感耦合等离子体质谱测定了NMIJCRM7512-a认证标准物质中高浓度营养元素和微量的有害元素。结果表明,CRM7512-a测定值与标准值吻合;样品加标回收率为100%~108%,该方法操作简单,精密度和准确度高,能够对奶粉中的高浓度营养元素和微量的有害元素进行同步分析。

关键词: 奶粉 ICPMS-2030 营养元素 有害元素

在奶粉中,婴幼儿成长所必需的营养成分是按照规定比例调配的。根据健康法规定,对于特殊用途食品(幼儿用配方奶粉)中的钙(Ca)、铁(Fe)、铜(Cu)等所需营养成分的比例有严格规定的,并且规定生产商要明确标出营养成分。同时,由于铅(Pb)等有害元素会对婴幼儿的发育产生不良影响,从原料到最终产品都进行严格的安全管理是非常重要的。

我们使用岛津的 ICPMS-2030 对奶粉(NMIJ 认证标准物质)中的元素进行了同步分析。 ICPMS-2030 除具备高灵敏度之外,标配氦气碰撞系统,可大幅降低氩、氯等元素产生的谱线 干扰。

1 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿分别为塑料或玻璃材质,使用硝酸溶液(1+1)浸泡24小时后,用去离子水冲洗,干燥备用;实验所用的HF和HNO3为优级纯试剂,实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

微波消解法与一般的湿法消解法相比,其优点在于可在短时间内进行分解,且由于其密闭性,As 等物质的挥发损失也较少,本文使用 Milestone General 公司生产的 ETOS-1 对样品进行消解。

将 0.25 g 样品与 0.5 mL 盐酸、6.5 mL 硝酸放入微波消解的石英容器后,使用微波消解进行样品处理。消解完成后,用纯水定容到 250 mL,得到待测液(1000 倍稀释)。此时,添加内标元素 Sc、Co、Ga、Y、In 与 Tl (使待测液浓度为 10 μ g/L)。消解条件如表 1 所示。

表 1 微波消解仪 样品消解条件

STEP	温度(℃)	时间(分)	功率(W)
1	50	2	1000
2	30	3	0
3	180	25	1000
4	150	1	0
5	180	4	1000
6	180	15	1000

1.4 仪器参数

等离子体参数: 高频功率: 1.2 kW 等离子体气流速 L/min: 10 L/min

辅助气流速: 0.6 L/min 载气流速: 0.6 L/min

矩管类型: Mini 雾化器类型: 雾化器-10

雾化室: 旋流雾室(电子冷却) 雾室温度:5℃

2. 结果与讨论

2.1 分析

使用标准曲线,对奶粉中的营养元素及有害元素进行同步分析。

为确保分析值的合理性,针对微量元素(Cd、Cr、Pb 和 As),在消解处理后,样品中添加分析元素标准液作为添加回收试验用样品。

2.2 分析结果

按照实验方法,测定奶粉认证标准物质(NMIJ CRM7512-a)标准样品。分析结果如表 3 所示。

表 2 分析结果

元素	单位	分析值 (粉末)	NMIJ 认证值	扩大不确定性	添加回收率 (%)
Ca		8.5	8.65	0.38	-
Fe		0.102	0.104	0.007	-
K	α/V	8.3	8.41	0.33	-
Mg	g/Kg	0.82	0.819	0.024	-
Na		1.81	1.87	0.09	-
P		5.4	5.62	0.23	-
Mn	mg/Kg	0.91	0.931	0.032	-
Mo		0.230	0.223	0.012	-

乳制品中无机元素检测

Sr	5.7	5.88	0.20	-
Zn	41	41.3	1.4	-
Cd	< 0.005	-	-	100
Cr	< 0.06	-	-	101
Pb	< 0.03	-	-	100
As	< 0.03	-	-	108

3. 结论

通过使用 ICPMS-2030, 能够对奶粉中的高浓度营养元素和微量的有害元素进行同步分析。



岛津企业管理(中国)有限公司 岛津(香港)有限公司

http://www.shimadzu.com.cn

免责声明:

用户服务热线电话: 800-810-0439 400-650-0439

- * 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
- *本资料中的所有信息仅供参考,不予任何保证。如有变动,恕不另行通知。