

ICPMS-2030 系列测定人造肉中的重金属元素

ICPMS-193

摘要：参考 GB 5009.268-2016 《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》，加入硝酸和过氧化氢对人造肉进行微波消解，使用电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）测定了人造肉中砷、汞、镉、铅等 16 种重金属元素的含量。分析结果表明，方法检出限低，准确度好，加标回收率 92.8%~112%，适合人造肉中高低含量重金属元素的同时检测。

关键词：微波消解 ICP-MS 人造肉 重金属元素

近年来，随着全球肉类短缺危机、健康与环保消费风潮、食品创新等因素推动，“人造肉”概念迅速兴起，据报道，全球肉类替代品市场正以每年 68% 的复合增长率增长，其中人造肉深受欢迎。人造肉通常可以分为植物性肉、培养肉和其它肉类替代品。人造肉同样可以提供养殖肉中所富含的蛋白质、脂肪等营养元素，也可以控制其成分，满足不同群体的需求。目前涉及人造肉的检测内容分四个部分：组学分析、营养成分分析、有毒成分分析、包装材料。其中有毒成分分析可细分为食品添加剂检测、重金属元素（如 As、Hg、Cd、Pb 等）检测等。

我国对食品安全有着严格的监控，GB 2762-2017 《食品安全国家标准 食品中污染物限量》明确规定了食品中重金属的限量要求，而相对应的，GB 5009.268-2016 《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》明确规定了食品中重金属检测方法。第一法即为电感耦合等离子体质谱法。

电感耦合等离子体质谱法（ICP-MS）具有灵敏度高、检出限低、线性范围广等特点，本文参考标准 GB 5009.268-2016，对人造肉样品进行微波消解前处理，使用岛津 ICPMS-2030 系列测定了人造肉中砷、汞、镉、铅等重金属元素的含量。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪。

1.2 仪器分析条件

ICP-MS 仪器分析条件见表 1。

表 1 ICP-MS 分析条件

参数	参数设定	参数	参数设定
高频功率	1.20 kW	等离子体气流速	9.0 L/min
辅助气流速	1.10 L/min	载气流速	0.70 L/min
炬管类型	Mini 炬管	雾化器	同心雾化器
雾化室	旋流	雾化室温度	5°C
采样深度	5.0 mm	高频频率	27.12 MHz
碰撞气体	He	碰撞气流速	6 mL/min
池电压	-21 V	能量过滤器电压	7.0 V

■ 样品前处理

准确称取 0.2 g 样品于微波消解罐中，加入 6 mL HNO₃ 和 2 mL H₂O₂，置于微波消解仪中消解，升温程序见

表 2。消解后，冷却，转移至 50 mL 离心管中，加入 1000 mg/L 金溶液 100 μ L，定容至 50 mL，混匀备用，同时做空白和加标试验。

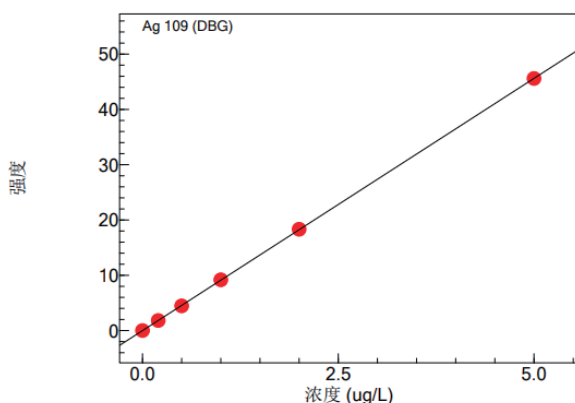
表 2 微波消解程序

步骤	控制温度 (°C)	升温时间 (min)	恒温时间 (min)
1	120	5	5
2	150	5	10
3	190	5	30

■ 结果与讨论

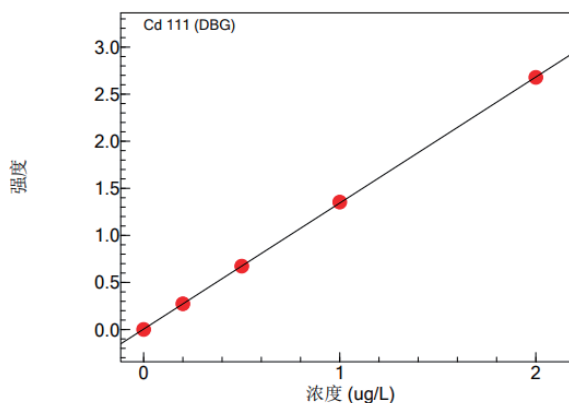
3.1 标准曲线和检出限

使用 2% HNO₃ 将多元素溶液稀释为 0、0.20、0.50、1.0、2.0、5.0、10、20、50、100 μ g/L 的标准序列，根据样品中元素实际情况调整标准曲线线性范围；Hg 标准序列为 0、0.20、0.50、1.0、2.0 μ g/L（含 2 mg/L 金溶液）。标准曲线见图 1~ 图 4，连续测量空白溶液计算仪器检出限（IDL）和方法检出限（MDL），IDL 和 MDL 结果见表 3。



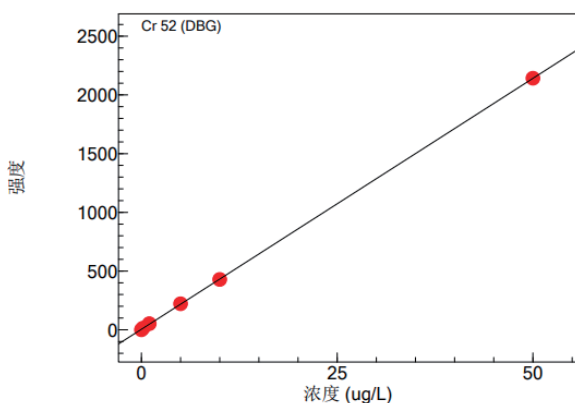
浓度 = $0.1095736 * I + 1.2330e-004$
 $r = 0.99999$ BEC = --- (ug/L) $3\sigma = 0.0038816$ (ug/L)

图 1 Ag 元素标准曲线



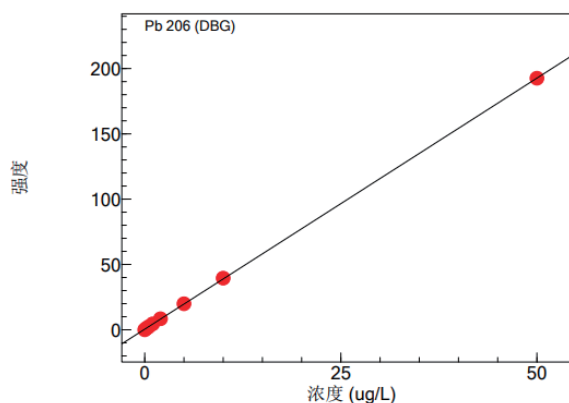
浓度 = $0.7468183 * I - 0.0037017$
 $r = 0.99999$ BEC = 0.0037017 (ug/L) $3\sigma = 0.0021394$ (ug/L)

图 2 Cd 元素标准曲线



浓度 = $0.0233929 * I - 0.1100097$
 $r = 0.99999$ BEC = 0.1100097 (ug/L) $3\sigma = 0.0090020$ (ug/L)

图 3 Cr 元素标准曲线



浓度 = $0.2601963 * I - 0.1385749$
 $r = 0.99999$ BEC = 0.1385749 (ug/L) $3\sigma = 0.0187697$ (ug/L)

图 4 Pb 元素标准曲线

表 3 仪器检出限和方法检出限

元素	质量数	相关系数	IDL (µg/L)	MDL (µg/kg)	GB5009.268-2016 定量限要求 (µg/kg)
Ag	109	0.99999	0.003	0.75	--
As	75	0.99986	0.013	3.25	5
Ba	138	0.99941	0.040	10	50
Be	9	0.99997	0.002	0.5	--
Cd	111	0.99999	0.002	0.5	5
Co	59	0.99988	0.002	0.5	3
Cr	52	0.99999	0.009	2.25	200
Cu	65	0.99973	0.58	145	200
Hg	202	0.99941	0.004	1	3
Mn	55	0.99995	0.031	7.75	300
Ni	62	0.99923	0.25	62.5	500
Pb	206	0.99999	0.018	4.5	50
Sr	88	0.99995	0.008	2	500
Tl	205	0.99999	0.0004	0.1	0.3
U	238	0.99999	0.0001	0.025	--
V	51	0.99966	0.004	1	5

3.2 样品测试结果

样品按照前处理程序处理后, 使用内标法, 在线内标测定, 测定结果见表 4, 样品加标回收率为 92.8%~112%。

表 4 人造肉中重金属元素测定结果

元素	质量数	内标	测定值 (µg/L)	RSD% (n=3)	结果 (µg/kg)	加标量 (µg/L)	回收率 (%)
Ag	109	¹⁰³ Rh	0.003	5.73	7.50	0.5	92.8
As	75	⁷² Ge	N.D.	--	--	0.5	98.5
Ba	138	¹⁰³ Rh	1.62	3.12	4.05×10 ³	2.0	105
Be	9	⁴⁵ Sc	N.D.	--	--	0.5	110
Cd	111	¹⁰³ Rh	0.01	1.01	25.0	0.5	112
Co	59	⁷² Ge	0.08	2.09	200	0.5	98.6
Cr	52	⁴⁵ Sc	0.03	3.91	75.0	0.5	107
Cu	65	⁷² Ge	4.57	1.62	1.14×10 ⁴	2.0	101
Hg	202	¹⁸⁷ Re	N.D.	--	--	0.2	98.5
Mn	55	⁴⁵ Sc	10.9	1.61	2.72×10 ⁴	20	96.0
Ni	62	⁴⁵ Sc	2.25	1.89	5.62×10 ³	2.0	105
Pb	206	¹⁸⁵ Re	N.D.	--	--	0.5	104
Sr	88	⁷² Ge	2.73	0.40	6.82×10 ³	2.0	104
Tl	205	¹⁸⁵ Re	N.D.	--	--	0.5	103
U	238	¹⁸⁵ Re	N.D.	--	--	0.5	112
V	51	⁷² Ge	N.D.	--	--	0.5	108

备注: 按照 GB5009.268-2016, 计算结果保留 3 位有效数字。

■ 结论

参考 GB 5009.268-2016《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》，使用岛津 ICPMS-2030 系列电感耦合等离子体质谱仪测定了人造肉中 16 种重金属元素含量。实验结果表明，该方法检出限低，准确度高，高低含量元素可以同时测量，加标回收率在 92.8%~112% 范围内，适合人造肉中砷、汞、镉、铅等重金属元素的同时检测。

岛津应用云



岛津企业管理(中国)有限公司 – 分析中心
Shimadzu (China) Co., LTD. – Analytical Applications Center