

作者:

Cynthia Bosnak

Ewa Pruszkowski

PerkinElmer, Inc.
Shelton, CT

NexION 300/350 ICP-MS测试奶粉中 的元素含量

前言

食品中的微量金属成为是剧毒还是营养成分取决于金属的类型及其浓度。目前对于许多食物来说,一些元素的添加可以提高其营养价值,给消费者带来健康,然而一些元素浓度过高也可能导致中毒,因此元素分析不仅需要检测食物的痕量级同时也需要检测高浓度。

电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS)的功能和动态线性范围使它适合于食品材料的分析。ICP-MS的超痕量检测范围能够测试低浓度的污染物,如铅、砷、硒和汞,而常量的营养元素,如钙、镁、钾、钠可以通过ICP-MS的扩展至9个数量级的线性范围来进行检测。然而目前仍然存在许多需要克服的问题,包括复杂的基体,高浓度的固溶物以及干扰。不过在适合的ICP-MS仪器条件和设计下,这些问题都是可以克服并能成功分析出食物样品的。这篇文献将集中于脱脂奶粉这种尤其在发展中国家的主要食品的分析。

实验

样品前处理

本实验样品为NIST® 1549脱脂奶粉标准样品，称量约0.5-0.6g样品（一式两份），放入预先清洗过的微波消解罐里，加入5mL硝酸（Fisher Scientific™，光谱纯），2mL过氧化氢（Fisher Scientific™，光谱纯）。消解程序有30分钟加热和15分钟冷却，如表一所示。样品完全溶解后溶液为澄清透明，用去离子水稀释到50mL，无需进一步样品稀释。为了确保汞元素的稳定性，需要添加最终浓度达到200µg/L金元素到溶液中。随样处理试剂空白，使用相同的微波消解程序。

表一 微波消解程序

步骤	功率 (W)	升温时间 (min)	保持时间 (min)
1	500	1	4
2	1000	5	5
3	1400	5	10
4 (冷却)	0	—	15

仪器条件

所有的数据需要在带有自动进样器的PerkinElmer NexION® 300/350X ICP-MS的标准条件下进行。仪器条件请见表二。

表二 ICP-MS仪器条件

参数	条件
雾化器	玻璃同心雾化器
雾室	玻璃旋流雾室
锥	镍锥
等离子气流量	18.0 L/min
辅助气流量	1.2 L/min
雾化气流量	0.98 L/min
样品提升速率	300 µL/min
RF功率	1600W
积分时间	0.5s (As, Se, Hg 1.5s)
重复测定次数	3
通用池模式*	碰撞模式

* PerkinElmer独有

校准曲线

多元素标准溶液，含有所有的SRMs分析物（来自perkinelmer的单元素或多元素标准溶液），用10%HNO₃稀释。为了确保汞元素的稳定性，需要添加最终浓度为200µg/L的金元素到溶液中。校准曲线范围基于分析元素

为高浓度营养元素如钾或钠，低/中含量必需元素，如锰、铁，还是痕量/超痕量污染物，如铅或汞。

基于分析物的认定值，下面五种检测范围为待测元素的所有范围。

- 高含量营养元素: 0-300ppm
- 中等含量元素: 0-20ppm
- 低含量元素: 0-2ppm
- 痕量污染元素: 0-200ppb
- 超痕量污染元素: 0-20ppb

图1~5代表每个范围典型的校准曲线。

除了分析元素外，标准、空白、样品都需要用三通内标加入器在线加入含有内标物⁶Li, Sc, Ge, In和 Tb的溶液，其包含了所有质量范围。在内标溶液里加入少量乙酸消除样品消解过程中残留碳的影响。

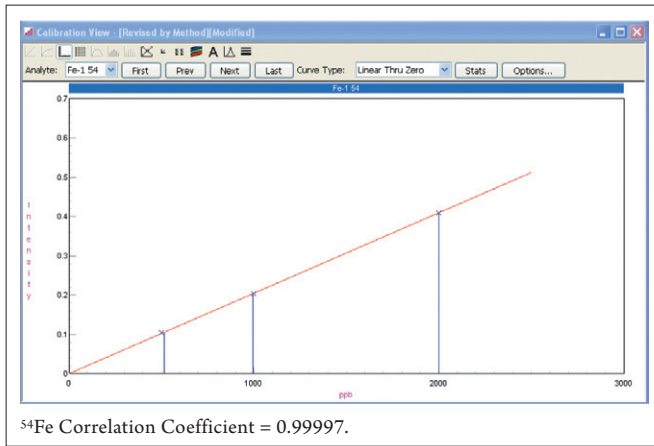


Figure 1. Calibration curves for ⁵⁴Fe (0-2 ppm).

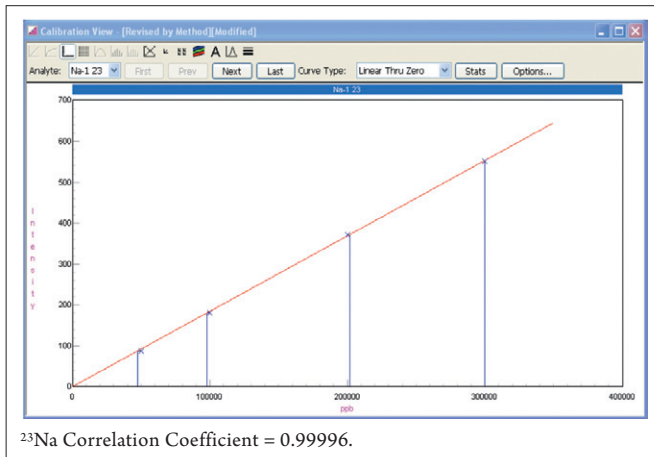


Figure 2. Calibration curve for ²³Na (0-300 ppm).

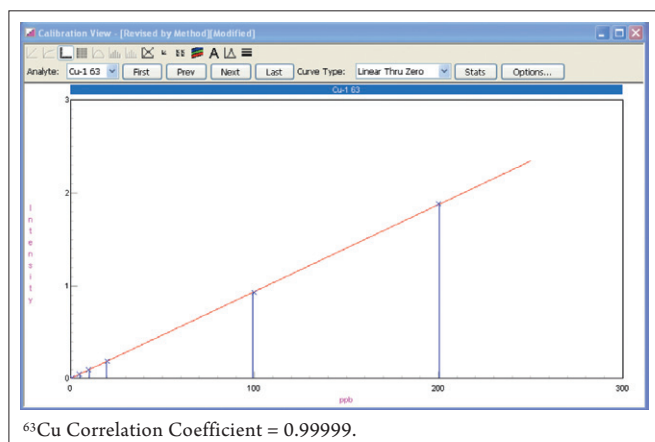


Figure 3. Calibration curve for ^{63}Cu (0-200 ppb).

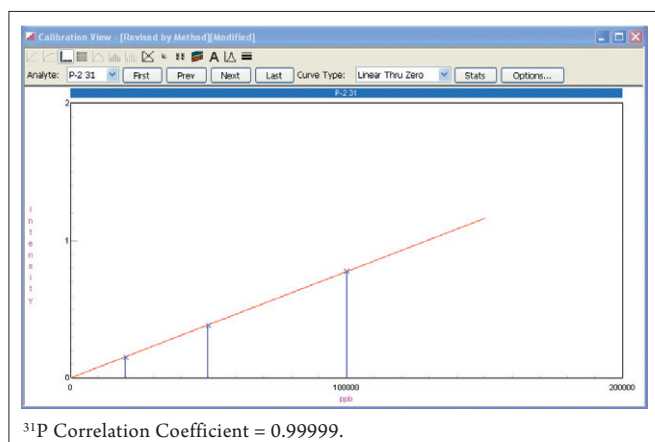


Figure 4. Calibration curve for ^{31}P (0-100 ppm).

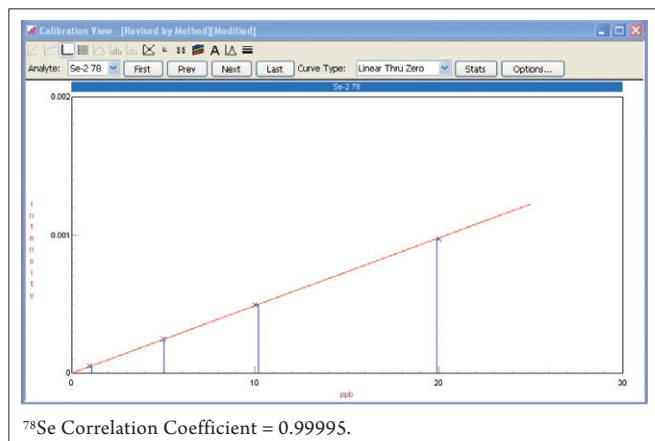


Figure 5. Calibration curve for ^{78}Se (0-20 ppb).

结果

NIST® 1549脱脂奶粉标准样品定量分析结果对照表请见表三。所有样品中的元素都用He碰撞模式。括号的数据并非标准值仅供参考。数据与标准值有很好的 consistency, 尤其在受到谱线干扰的情况下。超出标准值范围的元素可能是收到前处理过程的环境污染造成的。

表三 NIST® 1549脱脂奶粉标准样品用NexION 300/350 ICP-MS 检测结果

元素	质量数 (amu)	标准值 (mg/kg)	测定值 (mg/kg)
B	11	—	2.1
Na	23	4970 ±100	4700
Mg	26	1200 ±30	1170
Al	27	(2)	0.7
P	31	10600 ±200	10500
S	34	3510 ±50	3290
K	39	16900 ±300	16500
Ca	44	13000 ±500	12800
V	51	—	0.003
Cr	52	0.0026 ±0.0007	<0.003
Fe	54	1.78 ±0.10	1.98
Mn	55	0.26 ±0.06	0.26
Co	59	(0.0041)	0.005
Ni	60	—	0.013
Cu	63	0.7 ±0.1	0.6
Zn	66	46.1 ±2.2	46.7
As	75	(0.0019)	<0.006
Se	78	0.11 ±0.01	0.17
Sr	88	—	3.7
Mo	98	(0.34)	0.37
Cd	111	0.0005 ±0.0002	<0.002
Sn	118	—	<0.002
Sb	121	(0.00027)	<0.001
Ba	137	—	0.83
Hg	202	0.0003 ±0.0002	<0.0007
Pb	208	0.019 ±0.003	0.019
Tl	205	—	<0.0001
Th	232	—	<0.00008
U	238	—	<0.00002

结论

实验证明了PerkinElmer's NexION 300/350X ICP-MS具有无需稀释样品分析常量营养元素的能力，NIST® 1549脱脂奶粉标准样品的实验验证结果一致，证明了分析的准确性。仪器光学系统的设计消除了沉淀物的影响，保证了高基体样品长期稳定性，使痕量级别的元素能被准确检测。

参考文献

1. "The Determination of Toxic, Essential, and Nutritional Elements in Food Matrices Using the NexION 300/350 ICP-MS", PerkinElmer Application Note.

珀金埃尔默企业管理（上海）有限公司
地址：上海 张江高科技园区 张衡路1670号
邮编：201203
电话：021-60645888
传真：021-60645999
www.perkinelmer.com.cn



要获取全球办事处的完整列表，请访问[http:// www.perkinelmer.com.cn/AboutUs/ContactUs/ContactUs](http://www.perkinelmer.com.cn/AboutUs/ContactUs/ContactUs)

版权所有 ©2014, PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer® 是PerkinElmer, Inc. 的注册商标。其它所有商标均为其各自持有者或所有者的财产。