

ICP - Mass Spectrometry

作者:

Cynthia Bosnak

Ewa Pruszkowski

PerkinElmer, Inc.
Shelton, CT

NexION 300/350 ICP-MS测试谷物中 的元素含量

前言

分析谷物的痕量元素可以提供大气污染和土壤迁移直接的关联分析。这些元素本身不均匀的分布在谷物上, 并在其胚芽和外膜层富集。因此元素分析需要具有检测痕量和高浓度的能力。

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。这篇文献将集中于谷物的分析。

实验

样品前处理

本实验样品为NIST® 8433玉米糠标准样品和NIST® 8436小麦粉标准样品，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。

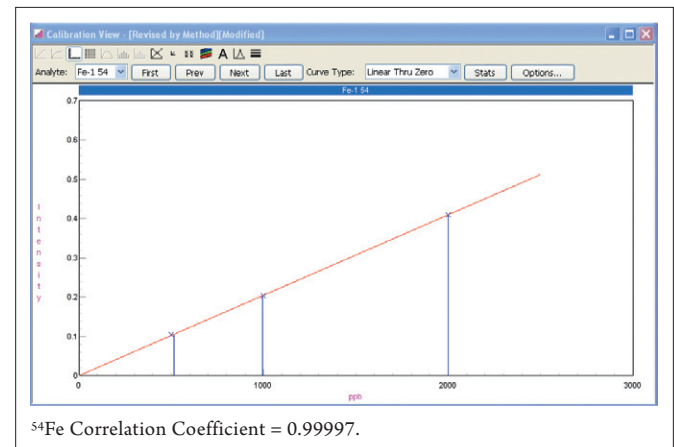


Figure 1. Calibration curves for ⁵⁴Fe (0-2 ppm).

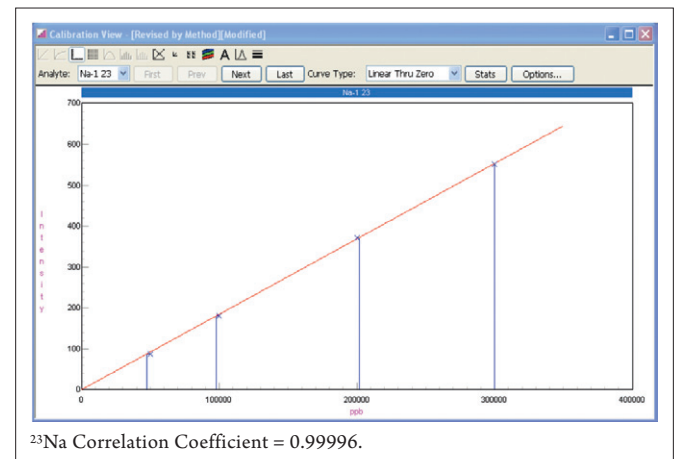


Figure 2. Calibration curve for ²³Na (0-300 ppm).

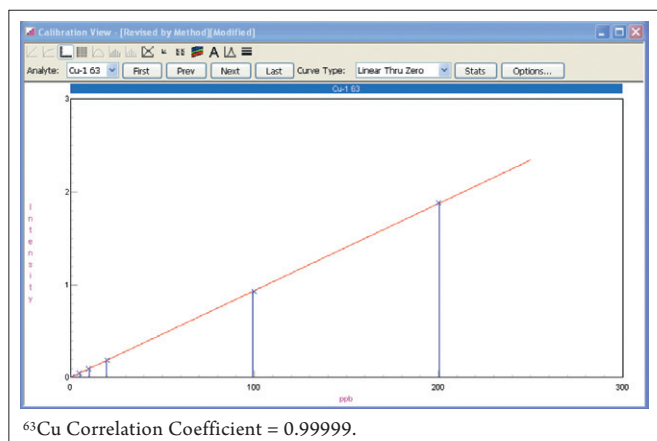


Figure 3. Calibration curve for ^{63}Cu (0-200 ppb).

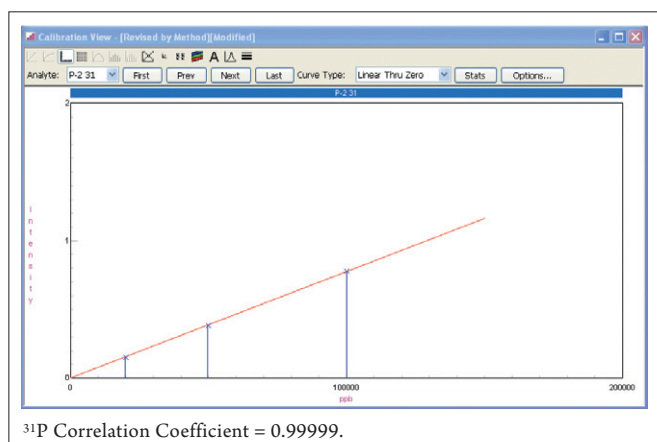


Figure 4. Calibration curve for ^{31}P (0-100 ppm).

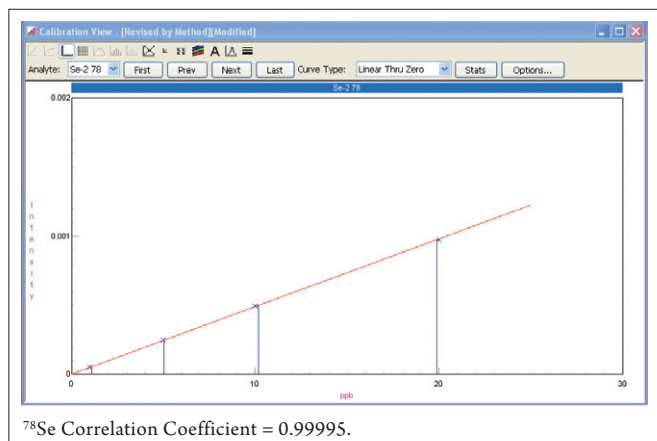


Figure 5. Calibration curve for ^{78}Se (0-20 ppb).

结果

NIST® 8436小麦粉标准样品和NIST® 8433玉米糠标准样品定量分析结果对照表请见表三和表四。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® 8436小麦粉标准样品用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	—	0.62
Na	23	16.0±6.1	17.0
Mg	26	1070±80	1030
Al	27	11.7±4.7	11.8
P	31	2900±220	2330
S	34	1930±280	1460
K	39	3180±140	2950
Ca	44	278±26	262
V	51	0.021±0.006	0.026
Cr	52	0.023±0.009	0.053
Fe	54	41.5 ±4.0	41.4
Mn	55	16.0±1.0	15.1
Co	59	0.008±0.004	0.007
Ni	60	0.17±0.08	0.17
Cu	63	4.30±0.69	4.18
Zn	66	22.2±1.7	20.6
As	75	(0.03)	0.01
Se	78	1.23±0.09	1.22
Sr	88	1.19±0.09	1.19
Mo	98	0.70±0.12	0.72
Cd	111	0.11±0.05	0.11
Sn	118	—	0.032
Sb	121	—	0.002
Ba	137	2.11±0.47	2.04
Hg	202	0.0004±0.0002	<0.0007
Pb	208	0.023±0.006	0.35
Tl	205	—	<0.0001
Th	232	—	0.001
U	238	—	0.001

表四 NIST® 8433玉米糠标准样品用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	2.8±1.2	3.2
Na	23	430±31	399
Mg	26	818±59	787
Al	27	1.01±0.55	1.15
P	31	171±11	158
S	34	860±150	738
K	39	566±75	548
Ca	44	420±38	434
V	51	0.005±0.002	0.005
Cr	52	(0.11)	0.08
Fe	54	14.8±1.8	13.7
Mn	55	2.55±0.29	2.53
Co	59	(0.006)	0.005
Ni	60	0.158±0.054	0.143
Cu	63	2.47±0.40	2.54
Zn	66	18.6±2.2	17.0
As	75	(0.002)	<0.006
Se	78	0.045±0.008	0.056
Sr	88	4.62±0.56	4.56
Mo	98	0.252±0.039	0.255
Cd	111	0.012±0.005	0.013
Sn	118	—	0.015
Sb	121	(0.004)	0.003
Ba	137	2.40±0.52	2.26
Hg	202	0.003±0.001	0.005
Pb	208	0.140±0.034	0.122
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® 8436小麦粉标准样品和NIST® 8433玉米糠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。