

Elan DRC-e ICP-MS 在食品分析中的应用

作者: David Verstraeten

1 前言

了解食品中营养元素和有害元素的组成十分重要,这要求食品分析即需要测定其中高含量(mg/L)组分也需要测定其低含量($\mu\text{g/L}$)组分。传统地,这些分析测定是通过多种不同的分析仪器实现的,比如利用火焰原子吸收(FAAS)测定食品中的高含量组分,而使用石墨炉原子吸收(GFAA)测定其中的痕量组分。

随着电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)技术的不断发展,这些挑战可以在带有动态反应池(DRC)技术的ICP-MS上实现。目前已有多篇利用Elan DRC II型 ICP-MS在食品分析中的应用文章发表^[1-5]。Elan DRC型ICP-MS的多个特点使其非常适合于食品分析。比如,可以选择性的对哪些含量使检测器达到饱和的元素进行抑制,从而进行测定^[6]。这种抑制不仅使ICP-MS可以分析食品中高含量元素,同时它延长了检测器的寿命。这些特点对于食品中的营养元素分析十分重要。

另外,Elan DRC型ICP-MS仪器的大孔径接口设计以及专利的保护动态反应池不被高固体含量样品污染的设计使其特别适合于高含量基体样品的分析^[7]。这些设计保证了Elan DRC型ICP-MS仪器在分析高含量样品时,比如食品,具有非常出色的稳定性。

以下的工作是使用Elan DRC-e ICP-MS在各类食品样品分析中的应用报告。

2 实验部分

2.1 样品和样品处理

选取了各类不同基体食品样品标准参考物质进行分析:F-膳食(Total Diet Food F),IMEP-19 米粉(Rice Flour),DORM-2 角鲨鱼肌肉(DORM-2 Dogfish Muscle)以及罐装菠萝(canned pineapple)。这些样品是客户预先消解好的,所以样品消解方法在本文中并没有讨论。

样品处理方法如下,称取大约0.25g样品(罐装菠萝为5g)进行消解后定容至25mL,再稀释20倍进ICP-MS分析。

2.2 ICP-MS 工作条件

ICP-MS 仪器操作条件列于表一。所测元素及其质量数,以及动态反应池工作条件列于表二。所测元素是客户要求的最感兴趣的元素,并没有对所有元素进行测定。

表一 ICP-MS 的仪器操作条件及参数

仪器	Elan DRC-e
样品提升速度	0.5mL/min
雾化器	十字交叉
雾室	Scott 双通道
进样管	2mm 石英
RF 功率	1500W

表二 所测元素及反应池条件

元素 (Element)	所选质量数 (m/z)	干扰 (Interference)	反应气 (Reaction gas)	流量 (mL/min)	RPq 值 (RPq)
Ca	44				0.25
Fe	57				0.25
Cu	63				0.25
Zn	66				0.25
Se	78	$^{40}\text{Ar}^{38}\text{Ar}^+$	O_2	0.3	0.65
As	91(AsO^+)	$\text{ArCl}^+, \text{CaCl}^+$	O_2	0.3	0.55
Cd	112				0.25
Sn	118				0.25
Hg	200				0.25
Pb	208				0.25

2.3 标准溶液

本实验采用外标法进行样品定量分析，各元素标准溶液浓度列于表三。

表三 标准浓度

元素 (Element)	标准浓度 (Calibration Standards) ($\mu\text{g/L}$)
Cu, Zn, Se, As, Cd, Pb	1, 2, 5
Sn	10, 20
Hg	0.1, 0.2
Ca, Fe	100, 200

3 实验结果

按照所建立的实验方法，分别测定了各类不同基体食品标准参考物质，结果见表四。从结果可以看到，测定值和推荐值获得了很好吻合。

表四 各类食品标准参考物质结果（单位：mg/kg）

F-膳食(Total Diet Food F)		
元素 (Element)	推荐值 (Certified)	实验值 (Experimental)
As	< 0.050	< 0.040
Ca	262	263
Cd	0.877	0.847
Cu	72.7	73.8
Fe	349	354
Se	0.391	0.340
Zn	55.8	55.5

IMEP-19 米粉 (IMEP-19 Rice Flour)

元素 (Element)	推荐值 (Certified)	实验值 (Experimental)
Cd	1.68	1.46
Cu	2.82	2.88
Pb	0.416	0.460
Zn	23.0	22.8

DORM-2 角鲨鱼肌肉 (DORM-2 Dogfish Muscle)

元素 (Element)	推荐值 (Certified)	实验值 (Experimental)
As	18.0	18.1
Cd	0.043	0.047
Hg	4.64	4.63
Se	1.40	1.44
Zn	25.6	24.9

罐装菠萝 (canned pineapple)

元素 (Element)	推荐值 (Certified)	实验值 (Experimental)
Sn	100	94

尽管客户没有要求，但为了验证 Elan DRC-e 测定高含量组分的能力，测定了 F-膳食 (Total Diet Food F) 中的 Na 和 K 含量。这些元素在样品中含量非常高，由于 Elan DRC ICP-MS 独特的设计，实验中仅需在标准模式下设置不同的 RPa 值（无需反应气）来抑制这些高含量元素的信号的方法就可以对其测定。仪器条件及所测结果列于表五。

表五 Na 和 K 测定仪器条件及结果

元素 (Element)	所选质量 数(m/z)	RPq 值 (RPq)	RPa 值 (Rpa)	标准浓度 (Calibration Standards) (ppm)	Total Diet Food F(mg/kg)
Na	23	0.25	0.11	2.5, 5	83.3
K	39	0.25	0.11	2.5, 5	633

4 结论

实验结果表明，Elan DRC-e ICP-MS 可以很好的测定各类食品样品中痕量和营养元素分析。Elan DRC 型 ICP-MS 独特的设计，比如通入反应气消除干扰的同时灵敏度不降低，可以选择性地对高含量元素进行信号抑制从而扩大动态线性范围以及专利的保护反应池不被高含量样品分析变脏的设计使其成为食品分析理想的分析仪器。总之，Elan DRC-e ICP-MS 可以应用于各类不同基体食品样品分析。

参考文献

1. Y-Y. Chan, S. Lo "Analysis of Ling Zhi (*Ganoderma lucidum*) Using Dynamic Reaction Cell ICP-MS and ICP-AES", *J. Anal. Atom. Spectrom.* 18, 2, (2003), 146.
2. M.A. Knopp, F. Chan, K.R. Neubauer "Analysis of Food Substances with Dynamic Reaction Cell ICP-MS", PerkinElmer Field Application Report, (2004), 00710_01.
3. D. Hammer, M. Nicolas, D. Andrey "Improved Chromium Determination in Various Food Matrices using DRC ICP-MS", *Atomic Spectroscopy* 26, 6, (2005), 203.
4. M-C. Wu, S-J. Jiang, T-S. His "Determination of the Ratio of Calcium to Phosphorus in Foodstuffs by DRC-ICP-MS", *Anal. Bioanal. Chem.* 377, (2003), 154.
5. D. Verstraeten "Analysis of Beer by Dynamic Reaction Cell (DRC) ICP-MS", PerkinElmer Field Application Report, (2006), 007503A_01.
6. F. Abou-Shakra "Extending the Dynamic Range of the Elan DRC by Selective Attenuation of High Signals", PerkinElmer Field Application Report, (2005), 00743_01.
7. S. Beres, L. Dionne, K. Neubauer, R. Thomas "Reducing the Impact of Spectral Interferences on the Determination of Precious Metals in Complex Geological Matrices Using DRC-ICP-MS", *Current Trends in Mass Spectrom.* (2005), 44.