

使用 Agilent 5100 同步垂直双向观测 (SVDV) ICP-OES 分析牛肝

应用简报

食品检测和农业

作者

Neli Drvodelic

安捷伦科技公司
澳大利亚墨尔本



前言

为了保护公共健康和环境，动物性食品产品中各种元素（包括营养元素、微量营养元素和有毒元素）的测定必须遵守国家或国际监管机构的规定。例如，联合国粮农组织 (FAO) 和世贸组织 (WTO) 成立了食品法典委员会，制定了统一的国际食品标准、指南和操作规范，各国通常以此为立法的基础。需要遵循监管框架的食品检测实验室必须在日常分析中监测大量样品的各种指定元素。



Agilent Technologies

ICP-OES 仪器以其可靠性和易用性，已广泛用于许多食品检测实验室。不过，Agilent 5100 同步垂直双向观测 (SVDV) ICP-OES 技术的操作水平和性能更胜一筹，尤其体现在它的稳定性、分析速度和较低的运行成本方面。

大多数传统的双向观测 ICP-OES 系统使用水平炬管，而 5100 使用更稳定的垂直炬管。这不仅延长了炬管的使用寿命，而且也提高了系统的基体耐受能力。5100 智能光谱组合 (DSC) 技术的独特之处在于，它结合了来自垂直等离子体的水平和垂直光，一次测量即可测定所有波段。由于无需依次进行垂直和水平观测，因而分析速度得到了显著提高。高速 VistaChip II CCD 检测器的应用也提高了样品通量。5100 运行速度更快，显著减少了分析每个样品所需的氩气，从而大大节省了高通量分析实验室的成本。

Agilent 5100 使用的 ICP Expert 软件配有包含预设方法模板的软件程序，可快速、简单地进行方法开发。DSC 智能光谱组合技术进一步简化了方法开发，无需针对样品中的元素选择等离子体观测模式。操作人员仅需选择测量元素和波长，仪器会自动完成测量模式的切换，全谱一次曝光，一次分析完成。例如，样品中百分含量水平的营养元素（如钠和钾）可通过垂直观测分析，而 ppm 或 ppb 水平的其他元素（如铜或锌）可在同一次读数中通过水平观测分析，从而实现宽浓度范围内的所有元素进行分析。仅需对样品进行 1 次测量，而传统双向观测仪器需要 2 次、3 次，甚至 4 次测量。

5100 包含即插即用型炬管系统，可自动定位炬管并进行全部的气体连接，实现快速启动，并能确保操作人员之间能进行可重现的炬管安装。在样品引入系统 (SIS) 内最大程度减少仪器间的差异，这对于在多个地点操作多台仪器的实验室来说至关重要。5100 易于使用的功能缩短了操作人员的培训时间，大大简化了方法开发和仪器操作。

本简报介绍了使用 Agilent 5100 SVDV ICP-OES 进行牛肝标准参比物质 (SRM) 的痕量元素分析。

仪器

所有的测量都在 Agilent 5100 SVDV ICP-OES 上进行。该仪器配备有独特的智能光谱组合 (DSC) 技术以及垂直炬管，可同时实现水平和垂直观测分析。样品引入系统包含 SeaSpray 雾化器、双通道玻璃旋流雾化室，以及标准的 5100 双向观测炬管（可拆卸，石英材质，1.8 mm 进样器）。该仪器采用在 27 MHz 下运行的固态 RF (SSRF) 射频发生器系统，可提供稳定的等离子体，具有出色的长期分析稳定性。

仪器操作参数如表 1 所示，表 2 则列出了分析所用的波长和校准参数。

表 1. Agilent 5100 SVDV ICP-OES 所采用的工作参数

参数	设置
读取时间 (s)	10
重复次数	3
取样吸入延迟时间 (s)	20
稳定时间 (s)	10
冲洗时间 (s)	30
快流速 (rpm)	80
RF 功率 (kW)	1.20
辅助气流速 (L/min)	1.0
等离子体流速 (L/min)	12.0
雾化气流速 (L/min)	0.7
观测高度 (mm)	6

实验部分

标准品和样品前处理

为了验证该方法，我们采用美国国家标准技术研究院 (NIST) 标准参比物质 (SRM) 1577 牛肝进行分析。使用 Milestone Ethos 微波消解系统对 SRM 进行消解。取约 0.5 g 的样品并准确称重后放入消解容器。随后加入 7 mL 浓 HNO₃ 和 1 mL 30% H₂O₂。使用预先加载的消解方法对样品进行消解，冷却后用去离子水定容至 50 mL。最终的酸浓度约为体积比 (v/v) 为 12% 的 HNO₃。

使用多元素标准品制备一系列含标准品 (1、5、10、100、250 和 500 ppm) 的 1% HNO₃ 溶液，并制备了 100 ppb 多元素加标的牛肝消解液。

表 2. 分析使用的波长和校准参数

元素	波长 (nm)	背景校正	校准拟合	相关系数
K	766.491	拟合	线性	0.99966
Na	589.592	拟合	线性	0.99978
Fe	238.204	拟合	线性	0.99999
Cu	327.395	拟合	线性	1.00000
Zn	213.857	拟合	线性	1.00000
Mn	257.610	拟合	线性	0.99998
Se	196.026	拟合	线性	1.00000
Pb	220.353	拟合	线性	0.99999
Cd	228.802	拟合	线性	1.00000
As	188.980	拟合	线性	1.00000
Ca	396.847	拟合	线性	0.99997
Co	238.892	拟合	线性	0.99999
Mg	279.078	拟合	线性	0.99968
Mo	202.032	拟合	线性	1.00000
Ag	328.068	拟合	线性	1.00000
Tl	190.794	拟合	线性	1.00000

结果和讨论

使用 5100 SVDV ICP-OES 测得 Na 和 K 的线性动态范围 (LDR) 表现出良好的线性 (图 1 和 2)。两种元素都可校准至 500 ppm，相关系数大于 0.999，每个校准点的校准误差小于 10%。这表明仅需一次测量，5100 SVDV ICP-OES 就可获得出色的 Na 和 K 的线性动态范围。使用传统的双向观测仪器对样品进行分析时，需要多次测量才能获得与其媲美的 LDR。

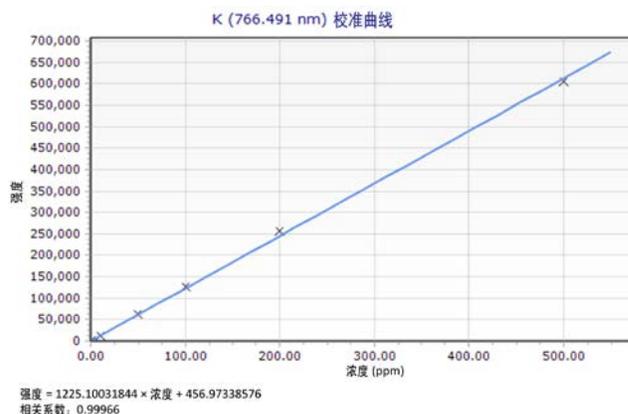


图 1. 使用 5100 SVDV ICP-OES 获得的 K 766 的校准曲线

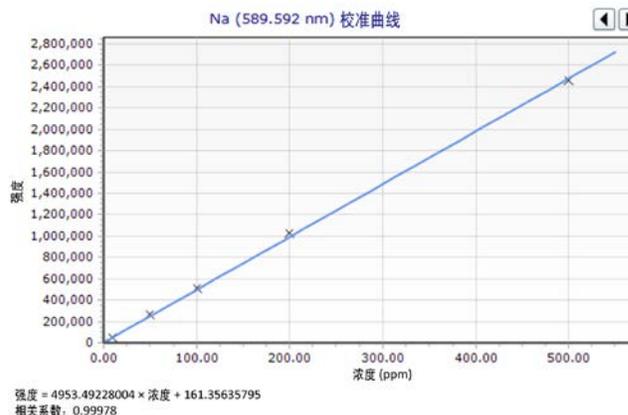


图 2. 使用 5100 SVDV ICP-OES 获得的 Na 589 的校准曲线

采用针对常量和痕量元素的单次测量测定了牛肝 SRM 消解物中的所有元素。SRM 的标准值和 5100 SVDV ICP-OES 的测量值列于表 3 中，表 4 给出了 SRM 中没有标准值的元素的参照值和测量值。测得的结果与标准值和参照值非常吻合，大多数结果都在标准浓度的 5% 以内。

方法检测限 (MDL) 由空白溶液十次重复分析标准差的 3 倍确定。

表 3. NIST 牛肝 1577 SRM 的分析结果

元素	MDL (mg/kg)	测量值 (mg/kg)	SD	标准值 (mg/kg)	SD	回收率 (%)
K 766	7.80	9832	5.2	9700	0.06	101
Na 589	9.08	2410	2.9	2430	0.013	99
Fe 238	0.17	258	1.9	270	20	96
Cu 327	0.16	203	1.1	193	10	105
Zn 213	0.33	131	0.56	130	10	101
Mn 257	0.008	9.8	0.01	10.3	1.0	96
Cd 228	0.13	0.26	0.02	0.27	0.04	96

表 4. NIST 牛肝 1577 SRM 的分析结果所列元素没有标准值

元素	MDL (mg/kg)	测量值 (mg/kg)	SD	参照值 (mg/kg)	回收率 (%)
Ca 396	6.0	126	0.16	123	103
Mg 279	0.83	603	2.4	605	100
Mo 202	0.18	3.4	0.05	3.2	106
Sr 407	0.01	0.142	0.002	0.140	102

对于一些痕量的元素，在 SRM 中的水平低于定量限。为了进一步验证该方法测定这些元素的性能，我们采用 100 ppb 的多元素标准品加标牛肝消解物，获得的结果如表 5 所示。本实验获得了出色的加标回收率，所有元素的回收率都在 99% 至 110% 之间。

表 5. 牛肝基质加标 100 ppb 多元素标准品的分析结果

元素	MDL (ppb)	加标回收值 (ppb)	SD	加标浓度 (ppb)	加标回收率 (%)
Pb 220	4.8	109	0.003	100	109
Se 196	8.5	103	0.001	100	103
Co 238	2.0	110	0.002	100	110
Ag 328	2.1	107	0.001	100	107
As 188	12	99	0.004	100	99
Tl 190	7.7	103	0.001	100	103

结论

具有 DSC 智能光谱组合技术的 Agilent 5100 SVDV ICP-OES 将水平等离子体的灵敏度特性同垂直等离子体的稳定性集成到一个单一平台，从而可在一次测量中测定所有波长。这样就实现了更高的精度、更快的分析速度，并且减少了氦气消耗。

本文采用 5100 SVDV ICP-OES 分析了微波消解的牛肝 SRM 样品中的各种元素。Na 和 K 具有高达 500 ppm 的出色线性动态范围，且测得的值与标准值和参照值非常吻合。

5100 是需要具有高通量、高灵敏度的多元素技术以及宽线性动态范围的食品检测实验室的理想选择。新型直观的软件界面和硬件功能（如即插即用式炬管）可简化日常操作和方法开发，实现操作人员间以及仪器间出色的方法重现性。

www.agilent.com

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本资料中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2014

2014 年 7 月 8 日出版

出版号：5991-4868CHCN