

使用 Hansel iQuad 2300P ICP-MS 准确定量 大米粉质控样

作者 作文旺 衡昇质谱（北京）仪器有限公司

使用一个流量的氦气KED模式对 GBW10045a（GSB-23a）中 20 个元素进行定量分析



前言

大米粉中元素分析具有多方面的重要作用与价值，主要体现在以下几个方面：

营养价值评估：确定营养成分含量：通过元素分析可以准确测定大米粉中各种营养元素的含量，如常量元素钾、钙、钠、镁等，以及微量元素铁、锌、铜、锰、硒等。这些元素对人体的新陈代谢、生长发育、免疫功能等都发挥着重要作用，了解其含量有助于评估大米粉的营养价值。

比较不同大米粉的营养差异：不同品种、产地、加工工艺的大米粉，其元素含量会有所不同。例如，糙米制备的米粉与精白米粉相比，蛋白质、维生素和微

量元素等营养品质上表现更优。通过元素分析可以对不同大米粉的营养成分进行比较，为消费者选择更有营养的大米粉提供依据。

食品安全监测：大米粉中可能含有一些对人体有害的元素，如铅、砷、镉、汞、铬等重金属。这些有害元素如果超标，会对人体健康造成严重危害，如铅可影响神经系统发育，镉可损害肾脏等。元素分析能够准确检测这些有害元素的含量，确保大米粉符合食品安全标准，保障消费者的健康。

监控环境污染影响：大米在生长过程中可能会吸收土壤、水源中的污染物，导致大米粉中某些元素含量异常。通过对大米粉中元素的分析，可以间接了解大米生长环境的污染状况，为环境保护和农产品质量安全提供参考。

产品一致性检验：在大米粉的生产过程中，元素分析可以用于检测产品的一致性，确保不同批次的大米粉在元素含量上保持相对稳定，从而保证产品质量的稳定性，满足消费者对产品品质的期望。

制定质量标准：准确的元素分析数据有助于制定和完善大米粉的质量标准，明确各种元素的含量范围，为大米粉的生产 and 监管提供科学依据，促进大米粉行业的规范化发展。

开发特色大米粉产品：了解大米粉中元素的分布和含量规律，有助于开发具有特定营养功能或风味特色的水稻品种和大米粉产品。比如，富硒大米粉的开发就是基于对硒元素含量的分析和控制，以满足消费者对微量元素补充的需求。

众所周知，ICP-MS 是元素分析利器，相对其他技术，具有多元素同时分析能力，线性范围宽，测试速度快、定量限低，专属性强等特点。

本文采用 iQuad2300P，精准分析湖南大米粉 GSB-23a 中的 20 个元素，除了疑似定值有问题的 Pb，均可以做到质控证书范围内。

实验部分

样品和试剂

样品: GBW10045a (GSB-23a)

试剂: G3 硝酸; 优级纯双氧水, 自制 18.2 MΩ·cm 超纯水。

元素标准溶液

元素标液: 购买自 AccuStandard 的多元素混标。

内标溶液: 使用 Bi, Re, Rh 与 Ge 等元素作为内标。

样品前处理

取 2.5ml 硝酸, 2.5ml 过氧化氢消解 0.5g 大米粉质控样, 仪器程序升温, 冷却至室温后, 分别定容到 10, 25, 50ml, 每个酸度下的样品, 均制备平行样。

仪器

使用 Hansel iQuad 2300 ICP-MS 进行分析。使用一个流量的氦气 KED 模式。iQuad 2300 独特的电子稀释设计可以在同一个流量下, 实现去除多原子离子质谱干扰的能力, 同时区分不同元素受到的质谱干扰程度, 实现针对性, 差异化的抗干扰效果。

使用 ICP-MS 软件内的自动调谐功能对 ICP-MS 进行优化。利用 Hansel 自动进样器作为样品引入系统。所用仪器运行条件如表 1 所示。

参数	设置
RF 功率 (W)	1500
等离子体气流量(L/min)	15
氦气流速 (mL/min)	4.5
进样方式	三通在线加内标, 蠕动泵提升
雾化器类型	同心玻璃

表 1. 2300 ICP-MS 运行条件

结果与讨论

标准曲线:

以稀硝酸为稀释剂, 42 元素线性 R2 均大于 0.999。

篇幅所限, 展示容易污染干扰较为严重的几个元素:

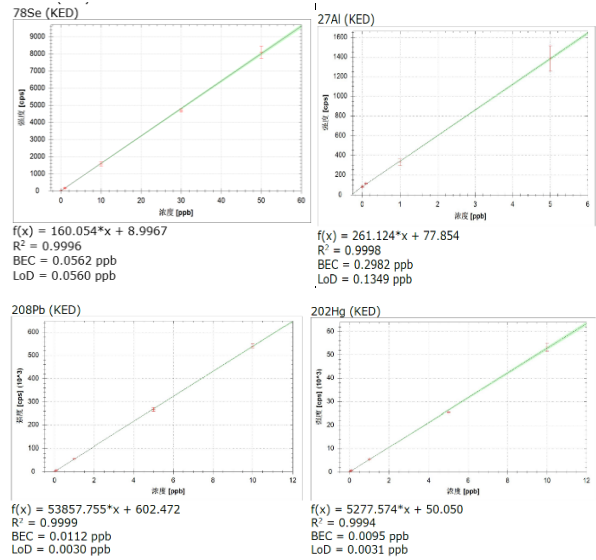


图 1: 部分易污染、易干扰元素线性

以下共分为两个实验部分进行讨论:

- ① 酸度影响实验: 以 2%硝酸作为稀释剂去测定 5%, 10%, 15%, 20%硝酸的元素混标, 评估回收率。
- ② 质控样的测试: 使用 5%硝酸测试, 不同稀释倍数的质控样。

实验 1 测试数据汇总如下:

	89Y (KED)	139La (KED)	140Ce (KED)	141Pr (KED)	146Nd (KED)	153Eu (KED)	157Gd (KED)	159Tb (KED)	163Dy (KED)	165Ho (KED)	
5%酸度	108%	98%	101%	97%	99%	104%	101%	100%	97%	102%	
10%酸度	105%	102%	99%	101%	106%	104%	100%	102%	110%	100%	
15%酸度	104%	99%	101%	100%	95%	104%	102%	100%	99%	100%	
20%酸度	108%	100%	100%	103%	95%	106%	101%	103%	99%	100%	
	166Er (KED)	169Tm (KED)	172Yb (KED)	175Lu (KED)	202Hg (KED)	232Th (KED)	252Mg (KED)	39K (KED)	44Ca (KED)	57Fe (KED)	
5%酸度	108%	103%	103%	100%	100%	105%	104%	106%	105%	103%	
10%酸度	105%	106%	107%	105%	101%	104%	107%	108%	105%	104%	
15%酸度	107%	102%	103%	105%	98%	108%	107%	106%	105%	103%	
20%酸度	101%	103%	106%	104%	98%	106%	110%	109%	107%	108%	
	7Li (KED)	11B (KED)	48Ti (KED)	51V (KED)	52Cr (KED)	55Mn (KED)	59Co (KED)	63Ni (KED)	63Cu (KED)	66Zn (KED)	27Al (KED)
5%酸度	101%	103%	100%	99%	99%	100%	98%	102%	100%	101%	100%
10%酸度	102%	105%	100%	98%	98%	101%	98%	98%	98%	98%	102
15%酸度	102%	104%	102%	99%	100%	98%	97%	99%	97%	96%	103%
20%酸度	101%	104%	105%	100%	98%	102%	96%	98%	99%	100%	100%
	75As (KED)	78Se (KED)	85Rb (KED)	88Sr (KED)	98Mo (KED)	111Cd (KED)	118Sn (KED)	121Sb (KED)	137Ba (KED)	205Tl (KED)	208Pb (KED)
5%酸度	102%	101%	101%	99%	98%	104%	99%	100%	102%	100%	100%
10%酸度	99%	97%	97%	97%	100%	104%	97%	97%	101%	99%	98%
15%酸度	99%	100%	97%	98%	103%	103%	105%	100%	101%	98%	100%
20%酸度	100%	98%	100%	100%	102%	104%	98%	96%	101%	101%	101%

表 2: 在 2300P 上酸度引起的基体效应

通过仪器自动的气溶胶稀释技术与内标的校正, 酸度对结果的影响, 大部分元素酸度影响可以控制在 5% 以内, 所有元素均可控制在 10% 以内。

实验 2 测试数据汇总如下:

应用简报编号：

元素	大米粉质控样GSB-23a (mg/kg)			证书标准值 mg/kg	是否在质 控区间内	最佳最终 定容体积
	5%酸度	10%酸度	25%酸度			
Mn	9.8	9.6	10.9	9.6±0.4	是	10%酸度
Fe	3.3	3.4	3.4	4.5±1.1	是	10%酸度
Ni	0.25	0.24	0.25	0.27±0.03	是	10%酸度
Cu	2.4	2.3	2.6	2.4±0.2	是	5%酸度
Zn	12.7	12.7	13.2	12.4±1.2	是	10%酸度
As	0.12	0.12	0.13	0.12±0.02	是	10%酸度
Cd	0.352	0.343	0.361	0.320±0.040	是	10%酸度
Pb	0.05	0.05	0.05	0.08±0.02	否	N/A
Rb	3.6	3.8	4.1	4.0±0.3	是	10%酸度
Mo	0.50	0.52	0.57	0.56±0.04	是	15%酸度
Ba	0.24	0.24	0.27	0.31±0.07	是	15%酸度
Sr	0.11	0.12	0.13	0.17±0.04	是	15%酸度
元素	大米粉质控样GSB-23a (ug/kg)			证书标准值 ug/kg	结果判定	
	5%酸度	10%酸度	25%酸度			
Li	14	15	14	19±5	是	10%酸度
Hg	2.8	2.8	2.9	3.5±0.8	是	15%酸度
Co	9	9	11	10±2	是	10%酸度
Se	60	61	65	60±10	是	10%酸度
Sb	4	5	5	7±3	是	15%酸度
元素	大米粉质控样GSB-23a (mg/kg)			证书标准值 mg/kg	结果判定	
	5%酸度	10%酸度	25%酸度			
Mg	176	176	183	170±10	是	5%酸度
Ca	70	67	66	70±20	是	5%酸度
K	909	909	898	830±80	是	15%酸度

表 3: 在不同样品浓度、酸度下, iQuad 2300P 测试 GBW10020 (GSB-11) 的测试结果

20 种元素在本次实验中被评估, 其中 Pb 元素经过反复测试, 不同稀释倍数得到的结果平行性好但均低于质控样参考值下限。

质控样中 Pb 元素的测定结果与定值不符, Pb 元素本身没有质谱, 且在不同样品浓度下的结果差距在 10%以内, 反复测定结果平行性较好但均与定值不符合。在基体效应, 质谱干扰, 标准溶液配制, 制备过程均没有发现问题, 作者倾向于认为定值可能存在问题。

另外 19 种元素均在质控范围内, 且称量 500mg 微波消解, 最终定容到 25ml 的方式, 得到的测试结果中更接近中值的情况最多, 推荐采用该稀释比例。

结论

1. 通过衡昇 iQuad 2300 型 ICP-MS 的气溶胶稀释技术与内标校正, 酸度的影响几乎可以忽略。
2. 在质控样湖南大米 GBW10045a (GSB-23a) 的分析中, 部分元素在不同定容体积下得到的结果差异较大, 但这大部分来自于样品浓度高的基体效应与污染造成的误差而非酸效应的影响。

3. 本次测试可以证明 iQuad 2300P 的耐基体与定量能力, 可以准确且快速得定量大米粉质控样中的多种元素。

www.hansel-inst.com

衡昇质谱 (北京) 仪器有限公司

本文中的信息、说明和指标如有变更, 恕不另行通知。