

使用 Hansel iQuad 2300 ICP-MS 准确定量 菠菜质控样

作者 作文旺 衡昇质谱（北京）仪器有限公司

KED模式同时定量分析菠菜质控 样GBW10015a中的19个元素

前言

研究背景

(1) 食品安全重要性：随着环境污染加剧，农作物中重金属及有害元素污染问题日益突出。菠菜作为叶菜类代表作物，因其叶片表面积大、生长周期短的特点，更易通过根系和叶面吸收富集土壤及大气中的重金属元素。

(2) 健康风险：铅(Pb)、镉(Cd)、砷(As)、铊(Tl)等有毒元素可通过食物链在人体内蓄积，造成神经、肾脏等多系统损伤。欧盟 No 1881/2006、中国 GB 2762-2022 等均对蔬菜中元素限量作出严格规定。

(3) 技术需求：传统原子吸收光谱法存在单元素检测效率低、灵敏度不足等问题，亟需建立高效准确的多元素同步检测方法。

现有技术分析

(1) ICP-MS 技术优势：电感耦合等离子体质谱法具有检出限低（ppt 级）、线性范围宽（9 个数量级以上）、多元素同步检测等特点，已被广泛应用于食品、环境样品分析。

(2) 在行业内分析测试现状：菠菜中高含量的纤维素、叶绿素等有机物易导致基体效应，一些分析人员误认为由于溶液存在不溶物等因素，诸多元素不可能作准。

本研究意义

(1) 建立基于微波消解-ICP-MS 的菠菜多元素检测方法，准确评估 Pb、Cd、As、Sb、Tl 等 19 种目标元素的污染水平。

(2) 通过同位素内标校正、碰撞反应池技术（KED 模式）消除质谱干扰与基质干扰，提升方法准确性。

(3) 为农产品质量安全监管提供技术支撑，同时为污染区农作物种植结构调整提供数据参考。

本文采用衡昇 iQuad 2300 与 P3 微波消解机器人对菠菜粉质控样 GBW10015a 中的 19 个元素进行定量分析。

实验部分

样品和试剂

样品：菠菜粉质控样 GBW10015a

试剂：G3 硝酸；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 Te, Ge, Re, Rh 与 Ir 等元素作为内标。

样品前处理

取 5ml 硝酸消解 0.5g 菠菜粉质控样，仪器程序升温，冷却至室温后，定容到 50ml，同法制备平行样与过程空白。

仪器

P3 超能微波消解机器人（屹尧微波）

Hansel iQuad 2300 ICP-MS（衡昇质谱）

本次实验氦气 KED 模式只需要使用一个流量。iQuad 2300 独特的电子稀释设计可以在同一个流量下，具有差异化的消除多原子离子质谱干扰的能力与针对性智能调控灵敏度的作用。

应用简报编号:

使用 ICP-MS 软件内的自动调谐功能对 ICP-MS 进行优化，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
氨气流速 (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，元素线性 R 均大于 0.999。篇幅所限，展示容易污染或干扰较为严重的几个元素：

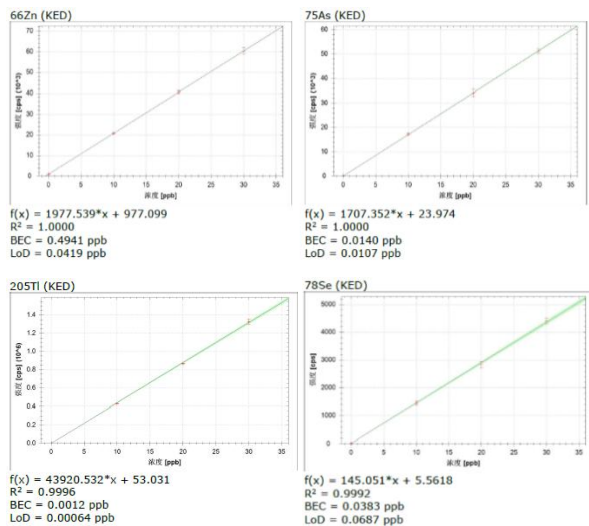


图 1: 部分易污染、易干扰元素线性 (注: 菠菜与生姜粉质控样在一个序列里进行测试, 故线性共用)

19 种元素在本次实验中被评估, 17 种元素在证书范围内, 2 种元素测试结果在证书中值的 10% 误差范围内。

痕量超痕量浓度范围元素甚至百分含量的 K 元素得到了较好的正确度数据。完全满足食品行业实验室对质控的要求。

菠菜测试结果与元素质量数, 汇总如下表:

标签	7Li [ppm]	9Be [ppb]	55Mn [ppm]	59Co [ppm]	60Ni [ppm]	63Cu [ppb]	39K [%]
平均值	4.1	37	86	0.48	2.0	11.1	4.1
标准值	3.8	40	80	0.49	1.9	10.4	4
不确定度	0.5	7	4	0.03	0.2	0.8	0.2
相对中值回收率	107%	92%	108%	99%	103%	106%	103%
是否在证书范围内	是	是	否	是	是	是	是

标签	66Zn [ppb]	75As [ppb]	78Se [ppb]	88Sr [ppm]	98Mo [ppm]	107Ag [ppb]
平均值	44	0.55	0.08	132	0.574	16
标准值	42	0.54	0.09	120	0.65	18
不确定度	4	0.06	-	7	0.08	2
相对中值回收率	104%	102%	90%	110%	88%	88%
是否在证书范围内	是	是	是	否	是	是

标签	111Cd [ppb]	121Sb [ppm]	137Ba [ppm]	205Tl [ppb]	208Pb [ppm]	209Bi [ppb]
平均值	178	0.031	9.59	42	0.99	16
标准值	190	0.038	10.90	44	1.07	16
不确定度	20	0.007	1.70	10	0.09	3
相对中值回收率	94%	81%	88%	95%	92%	99%
是否在证书范围内	是	是	是	是	是	是

表 2. 菠菜质控样 GBW10015a 测试结果

结论

- 在菠菜质控样 GBW10015a 的分析中, 通过内标与仪器参数优化来消除基体效应, 优异 KED 效果与电子稀释的应用, 使得 19 个元素杂质结果正确度优异, 17 个在证书值范围内, 2 个元素与中值误差在 10% 以内。
- 本次测试可以证明 iQuad 2300 的耐基体与定量能力, 可以准确且快速得定量绿叶蔬菜类样品中的元素杂质甚至是主含量元素。

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。