

使用 Hansel iQuad 2300 ICP-MS 快速准确定量柑橘叶质控样

作者 仵文旺 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 GBW10020（GSB-11）中的Li、Be、Na、Mg、Fe、Ni、Cu、Zn、As、Se、Mo、Ag、Cd、Ba、Tl、Pb、Bi等 17种元素进行定量分析



前言

柑橘叶质控样被广泛使用在诸多行业实验室中，作为重要的质控手段，是评价实验仪器与人员分析能力的一个标准。柑橘叶质控样 GBW10020 的重要价值体现在以下方面。

评估环境质量：柑橘叶作为植物的一部分，其吸收的痕量元素能够反映周围环境的状况。例如，如果柑橘叶中检测到较高含量的重金属如铅、镉等，可能表明土壤或空气受到了污染。

污染源追踪：通过分析柑橘叶中不同痕量元素的种类和含量，可以推测污染的来源。比如，某些特定的工业活动会排放特定的重金属，柑橘叶中这些元素的异常含量可以帮助定位污染源。

土壤肥力评估：柑橘叶中某些痕量元素如锌、铁等是植物生长必需的营养元素，其含量可以反映土壤的肥力状况。如果这些元素含量偏低，说明土壤缺乏相应的营养元素，需要通过施肥来补充。

植物健康监测：痕量元素在植物体内参与多种生理过程，如酶的活性调节、蛋白质合成等。柑橘叶中痕量元素的平衡与否直接影响柑橘树的健康状况，分析这些元素可以帮助及时发现植物营养不良或病害等问题。

保障柑橘品质：柑橘叶中的痕量元素会通过植物体内的代谢过程影响柑橘果实的品质 and 安全性。例如，重金属元素的过量积累会导致果实品质下降，甚至对人体健康产生危害。通过监测柑橘叶中的痕量元素，可以间接评估柑橘果实的安全性，确保消费者食用的柑橘符合食品安全标准。

生态研究：柑橘叶中痕量元素的分布和含量为研究植物与环境之间的相互作用提供了数据支持。例如，研究不同生态环境下柑橘叶中痕量元素的变化，有助于了解植物对环境变化的适应机制。

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。

分析柑橘叶面临的主要挑战主要有：找到快速有效的前处理方式；结合前处理条件，优化出合理的 ICP-MS 仪器方法参数，以有效解决质谱干扰与基体效应的问题，最终实现准确定量的目的。

本文采用屹尧 M6 微波消解仪消解，以衡昇的核心仪器 iQuad 2300 ICP-MS 一次进样，精准分析柑橘叶 GBW10020 中的 17 种元素，均可以做到质控证书范围内，为了给更多仪器配置用户提供参考，本次实验中特意不使用气溶胶稀释技术。

实验部分

应用简报编号：

样品和试剂

样品：GBW10020 (GSB-11)

试剂：G3 级别硝酸；自制 18.2 MΩ·cm 超纯水。

元素标准溶液与内标溶液

元素标液：购买自 AccuStandard 的多元素混标。

使用 2%硝酸稀释该混标：得到 10-50μg/L 的工作曲线。（本次实验，未对超线性元素进行稀释，仍可保证结果的准确性）

内标溶液：使用 Rh 与 Ge 两种元素作为内标。

样品前处理

1. 称取柑橘叶 0.5g（精确至 0.0001g）置于溶样杯内，加入 7ml 硝酸；
2. 微波消解程序：

温度 °C	保温时间 min
120	2
150	2
180	2
200	30

3. 打开 G-160 电加热器，温度设置 170°C；
4. 消解结束后，将消解柑橘叶的消解罐置于电加热器内加热至液体剩余 1ml 左右取出冷却，用纯水定容至 50ml。

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

校准曲线

得到的线性相关系数均优于 0.999，像 Zn 等易污染元素 BEC 的主要来源是试剂本底与容器的浸出。

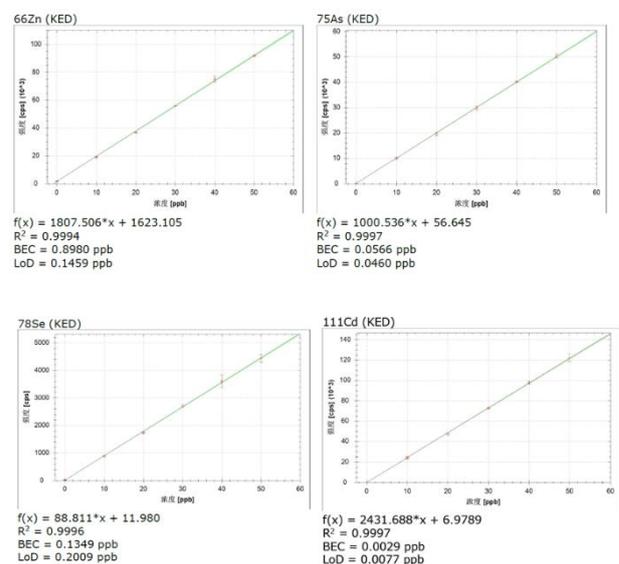
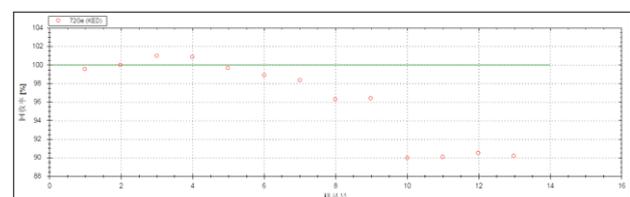


图 1. 篇幅所限，仅展示部分难电离元素的校准曲线

内标回收率与基体效应

如图 2，综合考虑方法的定量限与基体效应，最终决定使得 Rh, Ge 分别稳定在 80%，90%附近。在《使用 Hansel iQuad2300 ICP-MS 气体稀释技术直接进样测定海水，无惧高盐基体》一文中，已经证明了基体效应可以被 ICP 条件控制。本次分析中以准确定量为唯一目的，不再对该部分内容进行进一步优化。



应用简报编号:

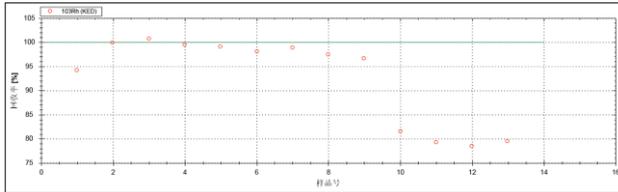


图 2 Rh 与 Ge 内标回收率分别稳定在 80%, 90%附近

Hansel iQuad 2300 最终分析 GBW10020 (GSB-11) 结果, 17 元素均可以做进证书值区间中, 具体数据见表 2:

标签	7Li [ppm]	9Be[ppb]	23Na[ppm]	25Mg [ppm]	57Fe [ppm]	60Ni [ppm]	63Cu [ppm]	66Zn [ppm]	N/A
柑橘叶-1	0.946	30.7	103.7	2376.0	467.1	0.891	6.32	18.5	N/A
柑橘叶-2	0.917	26.9	105.7	2406.1	482.2	0.911	6.37	19.1	N/A
柑橘叶-3	0.927	28.2	105.8	2402.0	474.9	0.907	6.78	19.1	N/A
柑橘叶-4	0.951	25.9	105.3	2451.0	478.4	0.908	6.74	19.1	N/A
平均值	0.94	28	119	2409	476	0.90	6.6	19	N/A
中值	1.0	31	130	2340	480	1.1	6.6	18	N/A
不确定度	0.1	7	20	70	30	-	0.5	2	N/A
标签	75As [ppm]	78Se [ppm]	98Mo[ppm]	107Ag [ppb]	111Cd [ppm]	137Ba[ppm]	205Tl[ppb]	208Pb[ppm]	209Bi[ppb]
柑橘叶-1	1.04	0.183	0.187	48.2	0.185	97.9	57.8	9.59	235.7
柑橘叶-2	1.05	0.178	0.189	48.6	0.182	96.3	54.6	9.51	228.7
柑橘叶-3	1.02	0.193	0.185	50.0	0.178	96.3	54.2	9.62	230.0
柑橘叶-4	1.03	0.172	0.186	49.3	0.181	96.6	54.6	9.50	226.4
平均值	1.0	0.18	0.19	49	0.18	97	55	9.6	230
中值	1.1	0.17	0.20	54	0.17	98	60	9.7	230
不确定度	0.2	0.03	0.01	5	0.02	6	8	0.9	25

表 2 对两个平行样分别进行 2 次重复测试取平均值与 GBW10020 柑橘叶质控样的标准值进行对比

结论

利用 Hansel iQuad 2300 ICP-MS 对经过 M6 微波消解的柑橘叶质控样的 17 种元素进行分析, 结果准确, 方法简单, 容易重现。

值得说明的是在 Ge, Rh 的内标回收率为 80, 90%的情况下, 本方法仅用两种 Ge、Rh 两个内标就将 17 个元素的标准值作到证书范围内, 充分说明了仪器 iQuad 2300 的耐基体能力, 十分适合柑橘叶类似基体的多元素定量分析。

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。