

ICPMS-2030 测定肠内营养乳剂中铬、钼、硒含量

ICPMS-031

摘要：采用微波消解样品前处理方法，使用岛津 ICPMS-2030 型电感耦合等离子体质谱仪测定了肠内营养乳剂 (TP) 中铬、钼和硒含量。实验结果表明，该方法具有分析速度快，操作简单，灵敏度高，检出限低 (0.03~0.31 $\mu\text{g}/\text{kg}$)，精密度高 ($\text{RSD}\leq 1.30\%$)，加标回收率在 98~108% 之间。该方法可适于肠内营养乳剂中铬、钼和硒含量测定。

关键词：肠内营养乳剂 ICPMS-2030 金属元素 高氦模式

肠内营养乳剂 (TP) 可作为全部营养来源或营养补充剂提供给无法正常进食的病人，尤其是不能耐受大容量喂养或需要高能量的病人。TP 为复方制剂，其组分包括铬、钼、硒等微量元素。

目前，用于 TP 中元素含量分析技术主要有石墨炉原子吸收光谱 (GFAAS)、电感耦合等离子体发射光谱 (ICP-OES) 和电感耦合等离子体质谱 (ICP-MS)。ICP-MS 能够分析元素周期表中绝大多数的元素，而且检测浓度

范围为 $\mu\text{g}/\text{g}$ ~ mg/g ，这样的检测浓度范围在一次分析中可以对痕量污染物和重要的营养元素同时进行测定。

本文使用微波消解法处理 TP 样品，建立了 ICP-MS 同时测定样品中的铬、钼和硒等 3 种金属元素含量的分析方法，它具有检出限低、灵敏度高、线性范围宽、基体效应小、准确度和精密度高、简便快捷、可同时多元素分析等优点。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPMS-2030 电感耦合等离子体质谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿分别为塑料或玻璃材质，使用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO_3 为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

准确称取约 3.0 g 样品于微波消解内罐中，加入 6 mL 硝酸，加盖放置 1 h 后旋紧罐盖，按照微波消解仪操作步骤进行消解 (5 min 升温到 120 $^{\circ}\text{C}$ 、保持 5 min，5 min 升温到 150 $^{\circ}\text{C}$ 、保持 10 min，5 min 升温到 190 $^{\circ}\text{C}$ 、保持 20 min)，冷却后取出，缓慢打开罐盖排气，用少量水冲洗内盖，超声脱气 2~5 min，用水定容至 25 mL，混匀备用，同时做空白及样品加标试验。

1.4 仪器参数

等离子体参数：

高频功率：1.2 kW

辅助气流速：1.1 L/min

炬管类型：Mini

雾化室：旋流

采样深度：5.0 mm

等离子体气流速：8.0 L/min

载气流速：0.7 L/min

雾化器类型：同心

雾室温度：5 $^{\circ}\text{C}$

高频频率：27.12 MHz

碰撞池参数：

碰撞气种类：He

池电压：-21 V-70 V

碰撞气流速：6.0/8.0 mL/min

能量过滤器电压：7.0/8.0 V

■ 结果与讨论

2.1 标准曲线溶液配制

使用 20% HNO_3 配制 Cr、Mo 和 Se 的标准曲线溶液，配制浓度如表 1 所示。内标溶液为 ^{72}Ge 及 ^{103}Rh ，浓度为 100 $\mu\text{g/L}$ ，内标采用在线加标。

表1 标准溶液浓度及分析质量数

元素	质量数 (amu)	标准曲线浓度($\mu\text{g/L}$)					
		STD1	STD2	STD3	STD4	STD5	STD6
Cr	52	0.00	1.00	5.00	10.00	30.00	50.00
Mo	95	0.00	1.00	5.00	10.00	30.00	50.00
Se	78	0.00	1.00	5.00	10.00	30.00	50.00

2.2 元素标准曲线如下：

Cr 及 Mo 元素采用普通碰撞模式 (碰撞气流速 6.0 mL/min，池电压 -21V，能量过滤电压 7.0 V) 可以达到良好的线性及灵敏度。 ^{78}Se 易受 $^{78}\text{ArAr}$ 多原子的干扰，可采用岛津 ICP-MS 2030 高密度池气体条件，即高氦模式 (碰撞气流速 8.0 mL/min，池电压 -70 V，能量过滤电压 8.0 V)，通过提高碰撞气流速，池电压，能量过滤电压，降低 $^{78}\text{ArAr}$ 对 ^{78}Se 的干扰，从而提高 ^{78}Se 的灵敏度，降低其检出限。采用高氦模式， ^{78}Se 的检出限由 0.095 $\mu\text{g/L}$ 降低到 0.037 $\mu\text{g/L}$ 。

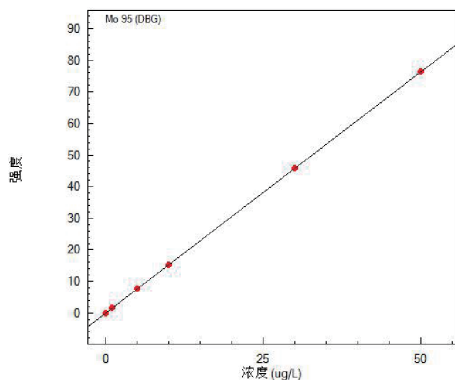


图1 Cr元素的标准曲线 $r=0.9999$

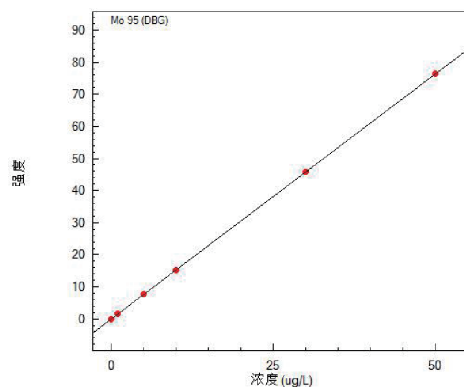


图2 Mo元素的标准曲线 $r=1.0000$

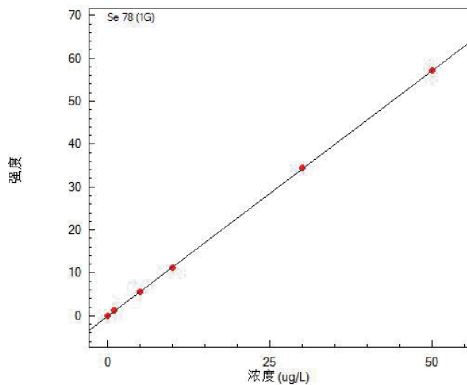


图3 Se元素的标准曲线 $r=1.0000$

2.3 部分元素质量轮廓图

质谱分析存在着同量异位素干扰、多原子离子干扰、难熔氧化物干扰、双电荷离子干扰和基体干扰等多种类型的干扰因素。ICPMS-2030 的八极杆碰撞池通过引入氦气碰撞,可以有效地消除干扰。当分析结果异常,需要经验去识别甄选时,岛津 LabSolutions ICPMS 软件具有独特的“诊断助手”功能,可根据各元素的质量灵敏度、等效背景浓度、干扰情况等因素综合判断,对结果做出“Best”,“Good”和“NG”的判断,并给出相应的诊断依据,可大大提高分析效率并保证分析结果的准确性。

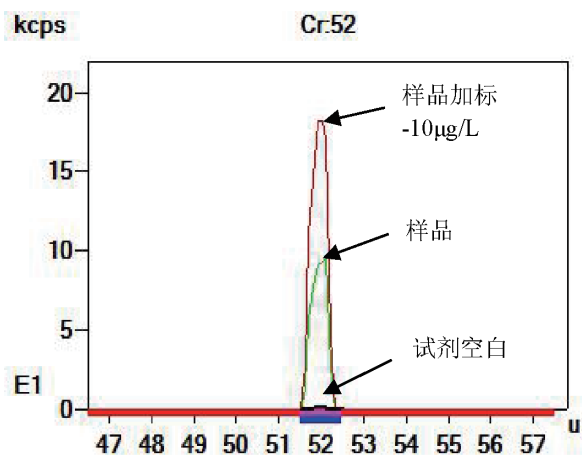


图4 Cr元素质量轮廓图

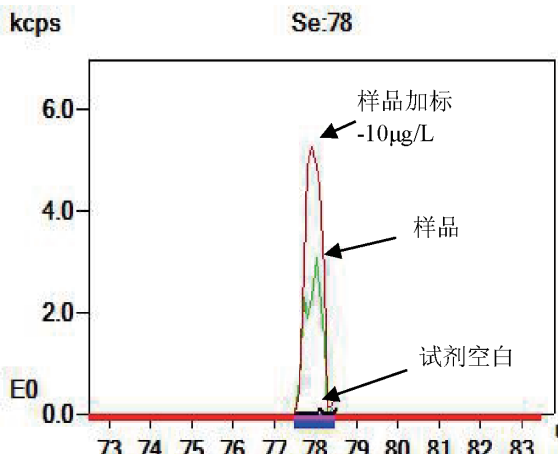


图5 Mo元素质量轮廓图

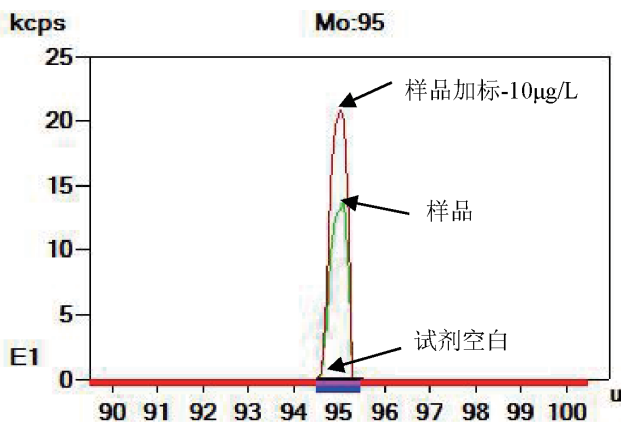


图6 Se元素质量轮廓图

2.4 样品分析及检出限

使用 ICPMS-2030 测定了 TP 中的 Cr、Mo、Se 的含量。同时对样品空白进行 11 次测定,计算各元素的方法检出限。检出限和定量限以样品 3.0 g 定容体积至 25 mL 计算,Cr、Mo、Se 的检出限和定量限见表 2。

表2 方法检出限及定量限

序号	元素名称	元素符号	检出限 (µg/kg)	定量限 (µg/kg)
1	铬	Cr	0.20	0.66
2	钼	Mo	0.03	0.11
3	硒	Se	0.31	1.02

表3 肠内营养乳剂分析结果

元素	称样量 (g)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	RSD(%) (n=3)	样品含量 ($\mu\text{g/kg}$)	加标称样量 (g)	加标后 结果 ($\mu\text{g/L}$)	RSD(%) (n=3)	回收率 (%)
Cr*	3.0593	8.38	0.76	68.5	3.1277	18.4	0.33	98
Mo*	3.0593	20.6	1.30	168.3	3.1277	31.9	0.53	108
Se**	3.0593	13.5	0.61	110.2	3.1277	24.0	0.26	102

■ 结论

使用岛津 ICPMS-2030 型电感耦合等离子体质谱仪结合微波消解仪测定了肠内营养乳剂中的 Cr、Mo、Se 的含量。采用微波消解法，操作较为简便，安全性较高，消解效果好，试剂用量少，省去了赶酸的步骤，是较为理想的样品前处理方法。ICP-MS 具有灵敏度高，检出限低 (0.03~0.31 $\mu\text{g/kg}$)，精密度良好 ($\text{RSD} \leq 1.30\%$)，分析速度快，分析速度快，操作简单，加标回收率在 98~108% 之间。该方法可适于肠内营养乳剂中铬、钼、硒含量测定。