

Application News

No.SSI-ICP-002

光谱分析

“USN-ICP-OES法”分析大麻中的“四种”重金属

Dan Davis, Keith Long, Justin Masone, Patricia Firmin

■ 引言

植物在成长过程中，会从土壤中吸收金属元素从而对金属元素产生富集作用。一些金属对生命来说是十分有益且必需的，而其他金属则具有极高的毒性，即使含量极低也会产生负面影响。由于有毒金属的危害性，所以需要对这些元素进行定量分析，并基于每日摄入量确定定量限。

本应用报告将使用 ICP-OES、超声波雾化器 (USN-ICP-OES) 和低流量Mini炬管作为 ICPMS 的低成本替代品，制备并分析大麻中的重金属。

根据限值浓度进行加标和回收试验，以确保技术的质量精度和灵敏度。

| 元素 | 限值浓度 ppm | 准备 (50x 稀释) ppb |
|----|----------|-----------------|
| 铅 | 1.20 | 24 |
| 镉 | 0.82 | 16 |
| 汞 | 0.40 | 8.0 |
| 砷 | 2.00 | 40 |

表1: 每日5克摄入量的金属分析目标

■ 样品制备

将0.5克大麻花加入到一个密闭的消解罐中，并加入 2mL硝酸、2.0mL 30% 的 H₂O₂和 4.0mL的超纯 H₂O。样品在15分钟内升至900瓦，并以该功率继续保持20分钟。然后冷却样品。加入0.5mL盐酸和钷，将其分别作为汞稳定剂和内标。用超纯 H₂O 将溶液的总容积调至25.0mL。

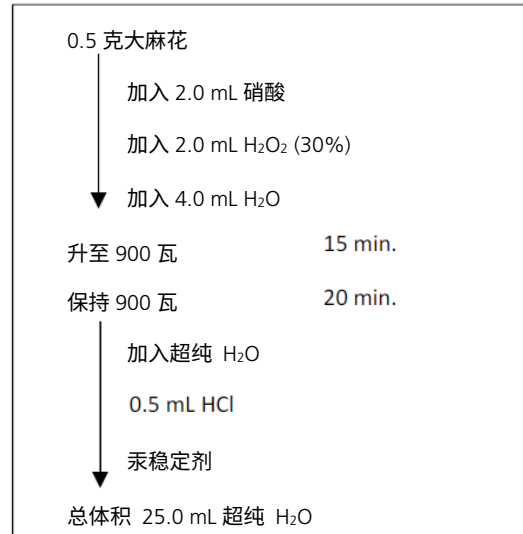


图1: 消解/制备程序

■ 分析方法和条件

使用内标生成的标准曲线进行测量。仪器的主要测量参数如表2所示。

| | As | Cd | Hg | Pb | Y |
|--------|-------------------|-----|-----|-----|-----|
| 波长(nm) | 193 | 214 | 194 | 220 | 360 |
| 观测方向 | 轴向 | | | | |
| 配接仪器: | Mini炬管、超声波雾化器、内置泵 | | | | |
| 射频功率: | 1.00 kW | | | | |
| 等离子气体: | 8.00 L/min | | | | |
| 辅助气体: | 0.60 L/min | | | | |
| 载气: | 0.60 L/min | | | | |
| 曝光时间: | 30秒 | | | | |
| 条件: | 宽范围 | | | | |

表2: 测量条件

稀释市售的用于原子吸收法测量的标准品溶液。制备 100mL储备校准溶液，其含有 320ppb 砷(As)、192ppb 铅(Pb)、64ppb 汞(Hg)和128ppb 镉(Cd)，并用1%的硝酸进行稳定。

移取50 mL储备溶液至100 mL的容量瓶中,并加入0.5 mL 盐酸、100 uL 100 ppm的 Y标准溶液和汞稳定剂,定容至100 mL,作为标准溶液4。移取25 mL储备溶液至100 mL的容量瓶中,加入盐酸、Y和汞稳定剂,定容至100 mL,作为标准溶液3。移取12.5 mL储备溶液至100 mL的容量瓶中,并加入盐酸、Y和汞稳定剂,定容至100 mL,作为标准溶液2。校准溶液1是空白溶液,含有盐酸、Y和汞稳定剂。

| 标准溶液 | 1 | 2 | 3 | 4 | 单位 |
|------|-----|-----|-----|-----|-----|
| As | 0 | 40 | 80 | 160 | ppb |
| Cd | 0 | 16 | 32 | 64 | ppb |
| Hg | 0 | 8 | 16 | 32 | ppb |
| Pb | 0 | 24 | 48 | 96 | ppb |
| Y | 100 | 100 | 100 | 100 | ppb |

表3: 标准溶液

■ 结果和结论

图2、3、4和5显示了各分析元素生成的标准曲线。所有标准曲线均达到0.9999或更高的线性系数,这表明仪器能够测量表1和表3中所示的指定目标范围。

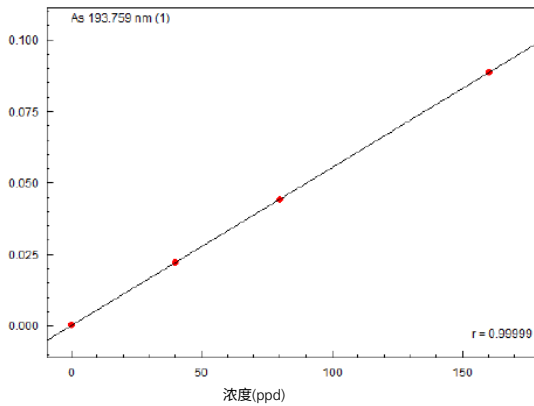


图2: As 标准曲线

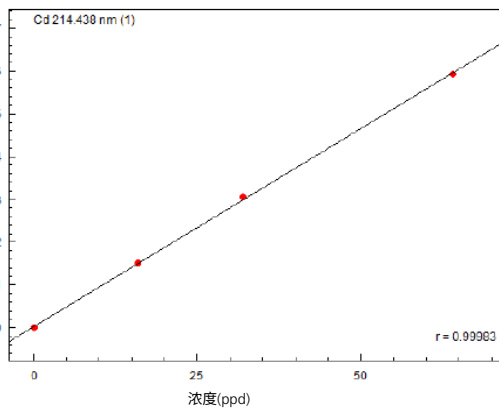


图3: Cd 标准曲线

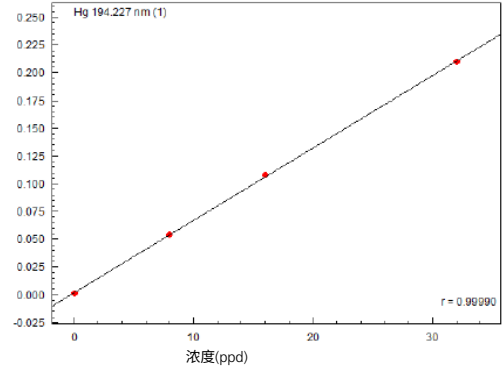


图4: Hg 标准曲线

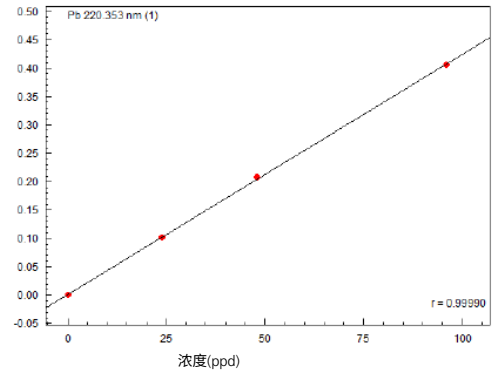


图5: Pb 标准曲线

图6和图7显示了未知样品各种分析物的信号和As、Cd、Hg、Pb的加标样。表1所示的各个目标分析含量均具有良好的信号区别。

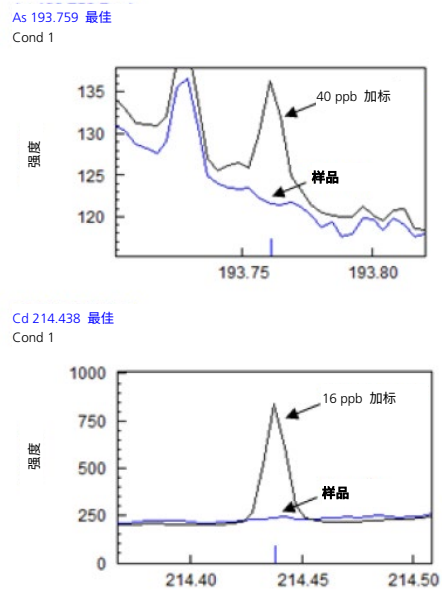
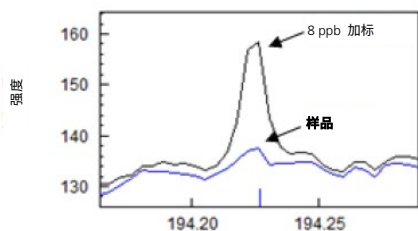


图6: 样品与加标样的As和Cd的轮廓图

Hg 194.227 最佳
Cond 1



Pb 220.353 最佳
Cond 1

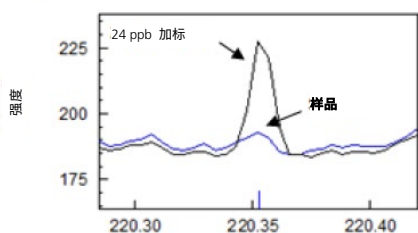


图7：样品与加标样的Hg和Pb的轮廓图

| 元素 | 样品 (ppb) | 加标样 (ppb) | 回收率 % |
|----|----------|-----------|-------|
| As | 0.05 | 43.3 | 108.1 |
| Cd | 0.37 | 15.9 | 97.1 |
| Hg | 3.16 | 11.5 | 104.3 |
| Pb | 3.96 | 27.7 | 98.9 |

表4：样品和加标样的结果

表4中的结果表明，所有元素都在目标分析的范围之内，样品尖峰的回收率为理论值的100% (+/-10%)。回收率表明，该系统能够在所需的元素浓度水平下获得良好的灵敏度和质量精度。结果还表明，USN-ICP-OES 是 ICP-MS 等技术经济替代之选。

此外，ICP的Mini炬管采用垂直安装，与传统炬管具有相同的灵敏度，但其仅使用一半的氦气量，在仪器的整个使用寿命期间节省了大量成本。垂直安装的炬管能够在不结垢的情况下处理高溶解固体，延长维护操作间隔，使 ICP-OES 系统在分析大麻样品中的重金属时更加灵敏和稳定。



ICPE-9800
发射光谱仪

AA-7000

原子吸收



本文由美国岛津科学仪器有限公司提供。



岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话： 800-810-0439
400-650-0439

免责声明：

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；
* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2019年4月