

4200 微波等离子体原子发射光谱仪 (MP-AES) 测定米粉中的常量、微量和痕量元素

应用简报

食品检测

作者

John Cauduro

安捷伦科技公司，澳大利亚



前言

在分析米粉等食品样品时，人们特别关注高浓度的营养元素以及痕量有毒元素（如镉）。分析这些元素对于确保产品质量和安全，以及确定产品的来源极为重要。污染导致的食品安全恐慌不仅会威胁人类健康，还会打击消费者的信心，从而导致销量下降，收入受损，同时负面宣传还会令商家信誉扫地。

食品中的元素分析通常采用火焰原子吸收光谱仪 (FAAS)，但随着实验室预算面临的压力日益增大，并且当今市场倾向于采用具有较低使用和维护成本、出色性能、易于使用且安全的仪器，因此，许多 FAAS 用户期望能有更合适的技术来满足现在和未来的需求。



Agilent Technologies

安捷伦公司经过研发和创新，扩展了原子光谱产品系列，其中就包含微波等离子体原子发射光谱仪。Agilent 4200 MP-AES 是第二代微波等离子体原子发射光谱仪器，具有改良的波导设计，能够分析含有高总溶解态固体的样品，并且对检测限毫无影响。4200 MP AES 使用氮气作为等离子体气体，显著降低了运行成本。由于无需使用易燃气体，氮气的使用还增强了安全性，并且可实现无人值守的仪器运行。4200 MP-AES 易于使用，与传统 FAAS 相比，它的检测限更低，并且能够测定更多元素（如磷等非金属元素）。

本应用简报将介绍使用 4200 MP-AES 分析米粉中的镉和其它常量、微量以及痕量元素。

实验部分

仪器

新一代 4200 MP-AES 采用了第二代波导和炬管技术，通过质量流量控制雾化器气体流量。4200 MP-AES 可生成稳定的环形等离子体，其中心通道温度约为 5000 K，能够消除 FAAS 中存在的多种化学干扰，与 FAAS 相比，4200 MP-AES 具有更宽的工作浓度范围。这意味着，使用 4200 MP-AES 时无需像通常使用 FAAS 一样进行元素特定的样品前处理，从而提高了仪器的易用性，降低了成本。此外，

4200 MP AES 的检测限（尤其对于磷元素）比 FAAS 更低，因此可分析更多元素。4200 MP-AES 使用氮气运行，与火焰原子吸收相比，它无需使用乙炔和氧化亚氮等易燃且昂贵的气体，因此运行成本更低，实验室安全性更高。

采用 4200 MP-AES 进行米粉样品分析，该仪器配备了由 OneNeb 雾化器和双通道雾化室组成的标准进样系统。SPS 3 自动进样器用于将样品输送到仪器中，可实现无人值守运行。

MP-AES 拥有连续的波长范围，分析员可根据预期浓度范围选择合适的、不受光谱干扰的波长。所选波长的方法条件见表 1，一般方法条件见表 2。

表 1. Agilent 4200 MP-AES 操作参数

元素	波长	读取时间 (s)	雾化气流量 (L/min)
P	214.915 nm	2	0.55
Cd	228.802 nm	10	0.55
Mg	280.271 nm	1	0.55
Zn	213.857 nm	5	0.55
Mn	403.076 nm	3	0.55
K	766.491 nm	1	0.55
Cu	324.754 nm	2	0.75
Fe	438.354 nm	5	0.75
Ca	422.673 nm	1	1.00

样品前处理

分析了 NIES CRM 10c 号米粉 (NIES, 日本) 以验证分析方法。使用 Milestone Ethos 微波消解系统消解米粉样品¹。准确称取约 0.5 g 米粉于单独的 TFM 管中, 每个样品制备两份。然后向管中加入 7 mL HNO₃ 和 1 mL of H₂O₂, 置于微波消解仪中。使用预先加载的消解方法对样品进行消解, 冷却后用去离子水定容至 25 mL。最终溶液中含有 2% 总溶解态固体。本分析中无需使用离子抑制剂或基体改性剂。

表 2. 常见的方法条件

参数	数值
重复次数	3
泵速	15 rpm
样品提取延迟时间	30 s
冲洗时间	60 s
稳定时间	10 s
快泵	开 (80 rpm)
雾化器	OneNeb
雾化室	双通道旋流
自动进样器	Agilent SPS 3
样品泵管	橙色/绿色
废液泵管	蓝色/蓝色

表 4. Agilent 4200 MP-AES 元素波长与 MDL (mg/kg 样品)

元素/波长 (nm)	Ca 422.673	Cd 228.802	Cu 324.754	Fe 438.354	K 766.491	Mg 280.271	Mn 403.076	P 214.915	Zn 213.857
MDL (mg/kg)	0.10	0.16	0.05	0.44	3.0	0.06	0.05	13	0.15

校准范围

表 3 为标准溶液的校准浓度范围。4200 MP-AES 的工作范围比 FAAS 宽得多 (在某些情况下最多宽 20 倍), 只需要对样品稀释一次即可测定全部元素。所用的全部波长其校准拟合为线性。

结果与讨论

方法检测限 (MDL)

通过分析 10 次样品空白测定出 MDL。所选分析波长的 MDL (3 σ) 列于表 4 中。

表 3. 4200 MP-AES 标准溶液的工作浓度范围

元素	波长	浓度范围	
P	214.915 nm	0–100	ppm
Cd	228.802 nm	0–1.0	ppm
Mg	280.271 nm	0–40	ppm
Zn	213.857 nm	0–4.0	ppm
Mn	403.076 nm	0–1.0	ppm
K	766.491 nm	0–100	ppm
Cu	324.754 nm	0–1.0	ppm
Fe	438.354 nm	0–1.0	ppm
Ca	422.673 nm	0–4.0	ppm

参考标准物质分析

米粉中常量、微量以及痕量元素的分析结果见表 5。所有 CRM 样品的测量值（在两台不同的 4200 MP-AES 上重复测定两次的平均值）与标准值十分吻合。结果表明，在溶解态固体含量为 2% 的样品中，4200 MP-AES 能够在较宽的浓度范围内获得出色的结果。

长期稳定性

按照前文介绍的方法条件，在 8 小时内重复分析米粉样品，以测试方法的长期稳定性。测试在受控的实验室环境条件下进行，符合仪器操作规范，每 2 小时重新进行标准曲线的校准一次。稳定性结果如图 1 所示。所有元素都具有出色的稳定性，RSD < 3%，表明 4200 MP-AES、OneNeb 雾化器和质量流量控制的雾化器气体流量能够处理总溶解态固体含量为 2% 的样品。

表 5. NIES 10c 号米粉分析结果 所有结果表示为 mg/kg 固体样品

元素/波长 (nm)	Ca 422.673	Cd 228.802	Cu 324.754	Fe 438.354	K 766.491	Mg 280.271	Mn 403.076	P 214.915	Zn 213.857
平均值	96.0	1.96	4.13	11.50	2700	1174	37.35	3139	22.02
SD	2.5	0.11	0.29	1.03	105	23	1.04	92	0.48
标准值	95	1.82	4.1	11.4	2750	1250	40.1	3350	23.1
2 SD 标准值	2	0.06	0.3	0.8	100	80	2.0	80	0.9
% 差异	101.0	107.7	100.8	100.9	98.2	93.9	93.1	93.7	95.3

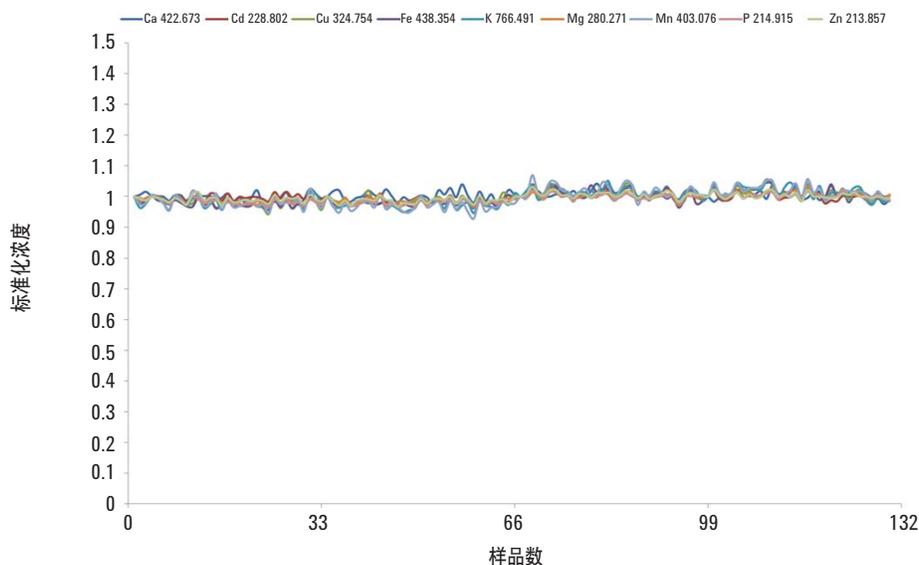


图 1. 8 小时内米粉消解液中元素的浓度，每 2 小时重新校准一次

结论

本文介绍了一种测定米粉中常量、微量及痕量元素的方法。在分析大米 CRM 时，新一代 4200 MP-AES 的回收率为指定值的 $\pm 10\%$ ，MDL 足以满足分析需求，并且具有出色的长期稳定性。

4200 MP-AES 具有出色的分析性能，可分析 FAAS 无法分析的磷、能够进行多元素无人值守操作、拥有更高的安全性和易用性，是期望获得新技术的 FAAS 用户的理想选择。此外，MP-AES 具有更高的温度的激发源，无需使用改性剂或离子抑制剂，从而简化了样品前处理过程。

参考文献

1. Milestone Application Note. Food/Feed. Rice Flour. ID HPR-FO-39. Milestone Ethos with internal temperature sensor, HPR1000/10S high pressure segmented rotor

www.agilent.com/cn

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本资料中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2013

2013年12月19日出版

出版号：5991-3777CHCN



Agilent Technologies