

# Анализ продуктов питания животного происхождения с помощью ИСП-ОЭС Agilent 5100 с синхронизированным вертикальным двойным обзором плазмы (SVDV)

## Методическая информация

Анализ пищевых продуктов и сельское хозяйство

### Авторы

Нели Дрводелич (Neli Drvodelic)

Agilent Technologies  
Мельбурн, Австралия



## Введение

В целях защиты окружающей среды и здоровья населения часто требуется проводить анализ продуктов питания животного происхождения на присутствие целого ряда элементов, в том числе элементов и микроэлементов, входящих в питательные вещества, а также токсичных элементов в соответствии с нормами национальных и международных регулирующих органов. Например, Продовольственная и сельскохозяйственная организация ООН (ФАО) и Всемирная торговая организация (ВТО) организовали Комиссию «Кодекс Алиментариус» по разработке гармонизированных международных стандартов, руководящих принципов и действующих норм и правил в отношении продуктов питания, которые часто являются основой для национального законодательства стран. Лаборатории, занимающиеся анализом продуктов питания в соответствии с нормативными требованиями, должны ежедневно проводить анализ большого количества проб, определяя содержание требуемых наборов элементов.



**Agilent Technologies**

Оборудование ИСП-ОЭС широко используется во многих из этих лабораторий, но ИСП-ОЭС Agilent 5100 с вертикальным расположением горелки и синхронизированным двойным обзором плазмы (Synchronous Vertical Dual View, SVDV) вывел эту методику на новый уровень функционирования и производительности, прежде всего в отношении надежности, скорости и снижения эксплуатационных расходов.

В отличие от традиционных систем ИСП-ОЭС с двойным обзором плазмы, 5100 ИСП-ОЭС имеет вертикальную, а не горизонтальную ориентацию горелки. Это значительно продлевает срок службы горелки, а также увеличивает возможность системы обрабатывать сложные матрицы. Уникальный дихроичный спектральный сумматор (DSC), которым оснащен 5100 ИСП-ОЭС, комбинирует аксиальный и радиальный обзоры вертикально ориентированной плазмы, покрывая весь спектральный диапазон за одно измерение. Соответственно, скорость анализа не снижается, поскольку нет необходимости проводить измерения поочередно с радиальным и аксиальным обзором. Более высокому пробопотоку также способствует использование высокоскоростного CCD-детектора VistaChip II. За счет сокращения цикла анализа каждой пробы прибор Agilent 5100 расходует значительно меньшее количество аргона на одну пробу — а это значительная экономия средств для лабораторий с большим пробопотоком.

ИСП-ОЭС Agilent 5100 использует ПО Agilent ICP Expert, которое содержит программные апплеты с шаблонами типовых методик, позволяющих быстро и просто разработать нужную методику. Разработка методики еще более упрощается благодаря технологии DSC, исключающей необходимость выбора правильного режима обзора плазмы для каждого элемента. Оператору достаточно выбрать требуемые элементы и длины волн, а спектрометр проведет анализ, выполнив единственное измерение одновременно для двух обзоров плазмы. Например, измерение элементов, содержащихся в питательных веществах, таких как натрий и калий, содержание которых в пробе может достигать сотых долей, будет проводиться с радиальным обзором плазмы. Параллельно с этим другие элементы, присутствующие на уровне миллионных или миллиардных долей, такие как медь и цинк, будут измеряться с аксиальным обзором. Таким образом, за одно измерение проводится определение всех элементов в широком диапазоне концентраций. Для этого достаточно единственного измерения, а не двух, трех или даже четырех, как того требуют традиционные приборы с двойным обзором.

ИСП-ОЭС Agilent 5100 оснащен не требующим вмешательства устройством для установки горелки с автоматической юстировкой и подключением подачи газов, что значительно ускоряет запуск прибора, а также обеспечивает одинаковое подключение горелки независимо от оператора. Для лабораторий, которые работают с несколькими приборами в разных местах, очень важно минимизировать различия в системе ввода проб между различными приборами. Эти упрощающие эксплуатацию свойства ИСП-ОЭС Agilent 5100 позволяют снизить время обучения оператора и значительно упрощают разработку методик и функционирование прибора.

В данном документе описывается применение ИСП-ОЭС Agilent 5100 SVDV для определения следовых количеств элементов в стандартном эталонном образце печени говяжьей.

## Оборудование

Все измерения проводили с помощью ИСП-ОЭС Agilent 5100 SVDV, который отличается вертикальной ориентацией плазмы и оснащен уникальным дихроичным спектральным сумматором (DSC), что позволяет одновременно проводить анализ с аксиальным и радиальным обзором. Система ввода проб состояла из распылителя Seaspray, двухпроходной стеклянной камеры распыления циклонного типа и стандартной плазменной горелки 5100 с двойным обзором (разъемная, кварцевый инжектор 1,8 мм). Прибор использует твердотельный РЧ-генератор (27 МГц) для получения устойчивой плазмы, которая обеспечивает превосходную долговременную аналитическую стабильность.

В таблице 1 приведены рабочие условия прибора, а в таблице 2 — выбранные для анализа длины волн и параметры калибровки.

Таблица 1. Рабочие параметры ИСП-ОЭС Agilent 5100 SVDV

Параметры	Заданные значения
Время считывания (с)	10
Число повторов	3
Задержка при вводе пробы (с)	20
Время стабилизации (с)	10
Время промывки (с)	30
Ускоренный режим насоса (об/мин)	80
Мощность РЧ-генератора (кВт)	1,20
Вспомогательный газ (л/мин)	1,0
Газ в плазму (л/мин)	12,0
Газ в распылитель (л/мин)	0,7
Высота обзора (мм)	6

## Экспериментальная часть

### Подготовка проб и стандартов

С целью валидации метода был проведен анализ стандартного эталонного образца (SRM) печени говяжьей Национального института стандартов и технологий США (NIST) № 1577. Стандартный эталонный образец подготавливали с помощью системы микроволнового разложения проб Milestone Ethos, помещая приблизительно 0,5 г образца в сосуд для разложения. После этого добавили 7 мл концентрированной  $\text{HNO}_3$  и 1 мл 30% раствора  $\text{H}_2\text{O}_2$ . Пробы разлагали с использованием предусмотренных методик микроволнового разложения, затем давали им остыть и доводили объем до 50 мл путем добавления деионизированной воды. Конечная концентрация кислоты составила приблизительно 12% об.  $\text{HNO}_3$ .

Серию стандартных растворов (1, 5, 10, 100, 250, 500 ppm) приготавливали из многоэлементных стандартов в 1% растворе  $\text{HNO}_3$ , а многоэлементная добавка к подвергнутой разложению пробе печени говяжьей была приготовлена на уровне 100 ppb.

Таблица 2. Выбранные для анализа длины волн и параметры калибровки

Элемент	Длина волны (нм)	Коррекция фона	Градуировочный график	Коэффициент корреляции
K	766,491	Аппроксимация базовой линии	линейный	0,99966
Na	589,592	Аппроксимация базовой линии	линейный	0,99978
Fe	238,204	Аппроксимация базовой линии	линейный	0,99999
Cu	327,395	Аппроксимация базовой линии	линейный	1,00000
Zn	213,857	Аппроксимация базовой линии	линейный	1,00000
Mn	257,610	Аппроксимация базовой линии	линейный	0,99998
Se	196,026	Аппроксимация базовой линии	линейный	1,00000
Pb	220,353	Аппроксимация базовой линии	линейный	0,99999
Cd	228,802	Аппроксимация базовой линии	линейный	1,00000
As	188,980	Аппроксимация базовой линии	линейный	1,00000
Ca	396,847	Аппроксимация базовой линии	линейный	0,99997
Co	238,892	Аппроксимация базовой линии	линейный	0,99999
Mg	279,078	Аппроксимация базовой линии	линейный	0,99968
Mo	202,032	Аппроксимация базовой линии	линейный	1,00000
Ag	328,068	Аппроксимация базовой линии	линейный	1,00000
Tl	190,794	Аппроксимация базовой линии	линейный	1,00000

## Результаты и обсуждение

ИСП-ОЭС 5100 SVDV демонстрирует хорошую линейность линейного динамического диапазона (LDR) для Na и K (рис. 1 и 2). Концентрации обоих элементов могут быть прокалиброваны вплоть до 500 ppm с коэффициентом корреляции более 0,999 и погрешностью калибровки менее 10% в каждой точке. Это демонстрирует превосходный LDR для Na и K за одно измерение при работе с ИСП-ОЭС 5100 SVDV. Для достижения сопоставимого LDR на традиционных приборах с двойным обзором плазмы потребовалось бы провести несколько измерений пробы.

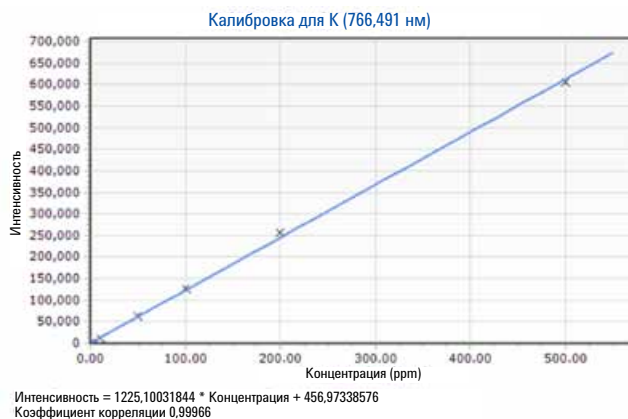


Рис. 1. Калибровочная кривая для K на длине волны 766 нм; измерения проводились на ИСП-ОЭС 5100 SVDV

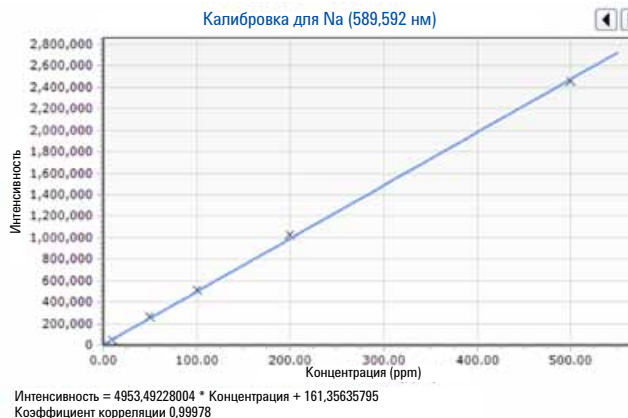


Рис. 2. Калибровочная кривая для Na на длине волны 589 нм; измерения проводились на ИСП-ОЭС 5100 SVDV

Все элементы, как в макро-, так и в следовых количествах, были определены в подвергнутом микроволновому разложению стандартном эталонном образце печени говяжьей за одно измерение. Результаты, полученные с помощью ИСП-ОЭС 5100 SVDV, представлены в сравнении с сертифицированными значениями для стандартного эталонного образца (таблица 3). Результаты по элементам, для которых нет сертифицированных значений, представлены в сравнении с контрольными значениями для стандартного эталонного образца (таблица 4). Полученные результаты хорошо согласуются с сертифицированными и контрольными значениями, отклонение от сертифицированных значений концентрации для большинства результатов было в пределах 5%.

Пределы обнаружения метода (MDL) были определены на основе правила трех сигм: по трем среднеквадратичным отклонениям десяти повторных измерений холостого раствора.

**Таблица 3.** Результаты анализа стандартного эталонного образца печени говяжьей NIST № 1577

Элемент	ПОМ (мг/кг)	Измеренные значения (мг/кг)	Стандартное отклонение (SD)	Сертифицированное значение (мг/кг)	SD	Выход (%)
K, 766 нм	7,80	9832	5,2	9700	0,06	101
Na, 589 нм	9,08	2410	2,9	2430	0,013	99
Fe, 238 нм	0,17	258	1,9	270	20	96
Cu, 327 нм	0,16	203	1,1	193	10	105
Zn, 213 нм	0,33	131	0,56	130	10	101
Mn, 257 нм	0,008	9,8	0,01	10,3	1,0	96
Cd, 228 нм	0,13	0,26	0,02	0,27	0,04	96

**Таблица 4.** Результаты анализа стандартного эталонного образца печени говяжьей NIST № 1577 Для перечисленных элементов сертифицированных значений нет.

Элемент	MDL (мг/кг)	Измеренные значения (мг/кг)	SD	Эталонное значение (мг/кг)	% от эталонного значения
Ca, 396 нм	6,0	126	0,16	123	103
Mg, 279 нм	0,83	603	2,4	605	100
Mo, 202 нм	0,18	3,4	0,05	3,2	106
Sr, 407 нм	0,01	0,142	0,002	0,140	102

Для некоторых элементов, присутствующих на уровне следовых количеств, уровни концентрации в стандартном эталонном образце были ниже предела количественного определения. С целью дальнейшей валидации метода по этим элементам к подвергнутой разложению пробе печени говяжьей добавили многоэлементный стандарт с концентрацией 100 ppb. Соответствующие результаты приведены в таблице 5. Для стандарта с добавкой наблюдалось превосходное воспроизведение концентраций добавки в диапазоне от 99% до 110%.

**Таблица 5.** Результаты анализа матрицы печени говяжьей с добавлением многоэлементного стандарта с концентрацией 100 ppb

Элемент	MDL (ppb)	Измеренная концентрация добавки (ppb)	SD	Истинная концентрация добавки (ppb)	% от истинной концентрации
Pb, 220 нм	4,8	109	0,003	100	109
Se, 196 нм	8,5	103	0,001	100	103
Co, 238 нм	2,0	110	0,002	100	110
Ag, 328 нм	2,1	107	0,001	100	107
As, 188 нм	12	99	0,004	100	99
Tl, 190 нм	7,7	103	0,001	100	103

## Выводы

В ИСП-ОЭС Agilent 5100 SVDV, оснащенный DSC, сочетаются чувствительность, характерная для измерений с аксиальным обзором плазмы, и надежность, характерная для измерений с радиальным обзором плазмы, что позволяет проводить одновременное измерение во всем спектральном диапазоне. Благодаря этому повышается воспроизводимость измерений, а также увеличивается скорость анализа и снижается потребление аргона.

В данном исследовании прибор ИСП-ОЭС 5100 SVDV использовался для анализа подвергнутого микроволновому разложению стандартного эталонного образца печени говяжьей на присутствие ряда элементов. Был продемонстрирован превосходный линейный динамический диапазон для Na и K, вплоть до 500 ppb, а также хорошее согласие результатов измерений с сертифицированными и контрольными значениями.

ИСП-ОЭС 5100 идеально подходит для лабораторий, занимающихся анализом продуктов питания, которым требуется методика многоэлементного анализа с высокой чувствительностью и большим проботоком, а также широким линейным динамическим диапазоном. Повседневная работа и разработка методик значительно упростилась благодаря новому программному обеспечению с интуитивно понятным интерфейсом, а также за счет таких аппаратных особенностей, как легко устанавливаемая горелка кассетного типа, которые обеспечивают прекрасную воспроизводимость метода вне зависимости от операторов и от прибора к прибору.

[www.agilent.com](http://www.agilent.com)

Компания Agilent не несет ответственности за возможные ошибки в настоящем документе, а также за убытки, связанные или являющиеся следствием получения настоящего документа, ознакомления с ним и его использования.

Информация, описания и технические характеристики в настоящем документе могут быть изменены без предупреждения.

© Agilent Technologies, Inc., 2014

Опубликовано 1 июля 2014 г.

Номер публикации: 5991-4868RU