

拓展 ICP-MS 的能力，检测食品中的纳米颗粒

使用 Agilent 7800 ICP-MS 的单颗粒 (sp) 模式监测
婴儿配方奶粉中的纳米颗粒

作者

Shuofei Dong 和
Michiko Yamanaka
安捷伦科技公司

除常规多元素分析外，还可测量纳米颗粒中的多种元素

Agilent 7800 ICP-MS 凭借快速、多元素分析能力，低检出限和宽动态范围等特点，被广泛用于食品的常规分析。然而，由于食品安全法规不断变化和消费者意识的提高，除了测定总元素含量外，对食品中纳米颗粒 (NP) 的监测需求也在增加。

利用 spICP-MS 分析婴儿配方奶粉中的纳米颗粒

本研究使用的 7800 ICP-MS 配备标准 MicroMist 玻璃同心雾化器、Scott 型石英雾化室和镍采样锥和截取锥。在纳米颗粒检测应用中，常用带有 1.0 mm 内径中心管的石英炬管替换标准炬管。将可选的单纳米颗粒分析和高级采集模块添加到 ICP-MS MassHunter 软件中，以实现快速时间分辨分析 (TRA) 和集成的多元素单纳米颗粒 (sNP) 软件模块进行数据处理。快速 TRA 模式使用 100 μ s 的积分时间，测量之间无需稳定时间。这在灵敏度和采集速度之间实现了理想的平衡。

根据婴儿配方奶粉中潜在的纳米颗粒中常量元素和痕量元素含量，选择 13 种元素进行 sNP 监测。对于 Ag、Ba 和 Pb，在无气体模式下运行 ORS⁴ 碰撞/反应池，而对于 Al、Si、Ca、Ti、Cr、Mn、Fe、Ni、Cu 和 Zn，则使用氦气 (He) 作为碰撞气体。通过切换气体模式在样品瓶的单次进样中连续采集不同分析元素质量数，可在不影响数据质量的情况下实现高通量多元素纳米颗粒筛查。为 1.0 mm 内径炬管设置理想的雾化气流量后，使用批量自动调谐功能对等离子体和调谐设置进行自动优化。

表 1. 用于 spICP-MS 方法的 7800 ICP-MS 典型操作参数

	氦气模式	无气体模式
RF 功率 (W)	1550	
采样深度 (mm)	8.0	
雾化气流量 (L/min)	0.75	
动能歧视电压 (V)	5.0	
氦气流量 (mL/min)	5.0	0

标准品与样品：使用安捷伦多元素校准标准品测定各元素的响应因子 (cps/ppb)。7 种婴儿配方奶粉产品购自美国 (USA, 3 个样品) 和中国 (CHN, 4 个样品) 超市。各样品称取约 0.25 g 悬浮于 25 mL 去离子水 (DIW) 中, 以 1:5 用 DIW 进一步稀释, 然后进行分析。为了计算雾化效率和评估样品基质效应, 购买了 60 nm Ag 纳米颗粒悬浮液 (BBI Solutions, UK)。

基质效应评估：为了研究样品基质对纳米颗粒信号的影响, 将相同浓度的 60 nm Ag 纳米颗粒标准品加标至 DIW 和样品中。测定并比较 Ag 纳米颗粒浓度和粒径分布。图 1 表明, 两种婴儿配方奶粉样品的 Ag 纳米颗粒粒径分布没有差异。此外, 与加标的 DIW 相比, Ag 纳米颗粒的浓度回收率大于 87%, 证明样品基质未引起任何明显的基质效应。

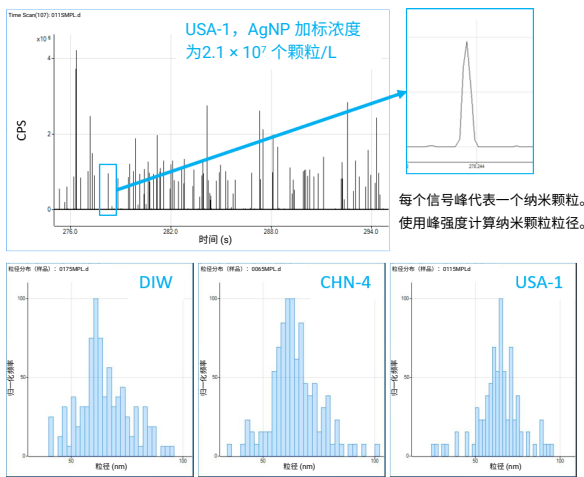


图 1. 加标的婴儿配方奶粉中的 Ag 纳米颗粒 (USA-1, 左上); 一个纳米颗粒信号的详细信息 (右上); 对比显示 DIW 和两个婴儿配方奶粉样品中 Ag 纳米颗粒的粒径分布一致 (下图)

www.agilent.com/chem

本文中的信息、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, 2020
2020 年 2 月 24 日, 中国出版
5994-1748ZHCN
DE.8862037037

查找当地的安捷伦客户中心:
www.agilent.com/chem/contactus-cn
免费专线:
800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

鉴定多元素纳米颗粒含量

食品中的纳米颗粒可能来自原材料、生产设备和 / 或包装材料。使用 spICP-MS 方法评估是否存在含有 13 种目标元素的纳米颗粒。在一些婴儿配方奶粉样品中鉴定出了含有 Al、Ca、Fe 和 Zn 的纳米颗粒。不同婴儿配方奶粉样品中的纳米颗粒类型和数量存在差异, 如图 2 所示, 其中两个样品的 Ca 和 Fe 存在差异。

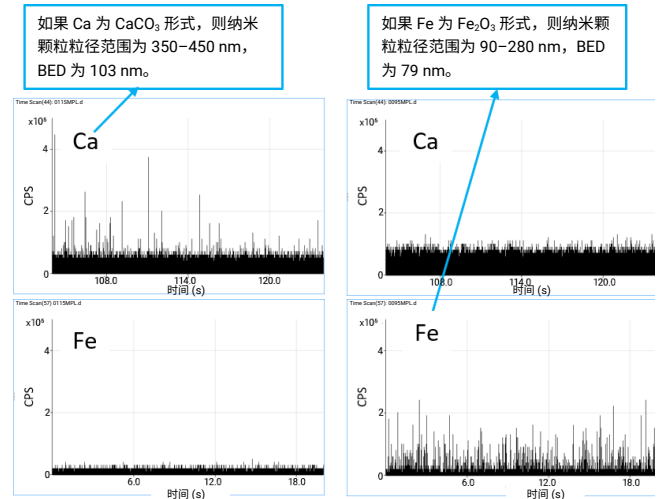


图 2. 婴儿配方奶粉样品多元素纳米颗粒分析的快速 TRA 数据示例。USA-1 (左图) 和 CHN-4 (右图) 中含 Ca 和 Fe 颗粒的粒径和数量比较

除了鉴定纳米颗粒的类型和数量外, 即使不知道元素在纳米颗粒中的实际形式, 也可以估算出纳米颗粒的粒径分布。通过假设元素在不同纳米颗粒中最可能的形式, 可以计算纳米颗粒的粒径 (直径), 如 Ca 的 CaCO_3 形式, Fe 的 Fe_2O_3 形式。根据这些假设, 计算出婴儿配方奶粉 USA-1 中 Ca 纳米颗粒的直径为 350–450 nm, 背景等效直径 (BED) 为 103 nm。计算出婴儿配方奶粉 CHN-4 中 Fe 纳米颗粒的直径为 90–280 nm, BED 为 79 nm。

扩展 ICP-MS 的功能

7800 ICP-MS 可用于对食品样品中的常量元素和微量元素进行高通量、准确的常规定量测定。通过增加支持 spICP-MS 模式的可选软件模块, 可使用同一台仪器评估婴儿配方奶粉等样品中的多元素纳米颗粒含量。这种灵活性提高了 7800 ICP-MS 的可用性, 以满足食品行业在质量控制和真伪研究中对纳米颗粒分析日益增长的需求。

联系我们:
LSCA-China_800@agilent.com
在线询价:
www.agilent.com/chem/erfq-cn

