

2021 年 2 月，第 83 期



第 1 页

改善 ICP-MS 易用性的方法

第 2-3 页

全新 Agilent 7850 可优化常规 ICP-MS 应用的分析工作流程

第 4-5 页

ICP-MS IntelliQuant 扩展常规食品分析中的可用信息

第 6-7 页

使用配备 Quick Change 快速更换阀头的 HPLC-ICP-MS 进行自动化多元素形态分析

第 8 页

祝贺原子光谱大赛获奖者；最新的安捷伦 ICP-MS 出版物

改善 ICP-MS 易用性的方法

易用性是许多 ICP-MS 实验室的主要要求。在本期安捷伦 ICP-MS 期刊中，我们介绍了全新 Agilent 7850，这款单四极杆仪器专为提供常规 ICP-MS 应用中的易用性而设计。7850 的硬件配置经过优化，可准确分析各种样品。该仪器将高性能与智能工具相结合，为新用户设置和运行方法提供支持。

食品行业的一个应用示例展示了 ICP-MS MassHunter 软件的 IntelliQuant 功能如何使数据审查更简单可靠，从而加快报告速度并减少错误。

最后，随着 HPLC-ICP-MS 在形态分析中的应用更加广泛而常规，实验室需要对更大样品批次中的多个形态进行自动化无人值守分析。此方法可通过配备 Quick Change 快速更换阀头的 Agilent Infinity II 高容量柱温箱 HPLC 模块实现，该模块可通过 ICP-MS MassHunter 进行控制。



图 1. 全新推出 Agilent 7850 ICP-MS，专为改进分析工作流程而设计

全新 Agilent 7850 可优化常规 ICP-MS 应用的分析工作流程

Ed McCurdy, Abe Gutierrez, Glenn Woods, 安捷伦科技有限公司

常规应用中对 ICP-MS 的要求

元素分析的需求差异很大，但多种行业和应用中存在一些共同的因素。涉及环境监测、农业和食品安全、消费品检测、药物生产质量控制和临床研究等分析的实验室通常具有相似的优先事项。由于分析通常是由繁忙的商业实验室进行，因此结果的周转时间较短，样品中的基质含量可能较高且多变，且分析物数量较多。此外，必须严格控制成本，同时确保不影响数据质量。这些行业还经常受到监管部门的监督，需满足严格的系统适用性和质量控制要求。

种类繁多的受监管分析物和检测限要求使 ICP-MS 成为此类分析的首选。但是，一些实验室仍然认为 ICP-MS 设置复杂，难以优化和使用，且维护成本较高。这可能使实验室继续面临效率较低的传统技术或相对较差的现有 ICP-MS 方法的困扰。一项 2020 年的调查显示了影响常规实验室工作流程最耗时的活动，如图 1 所示。

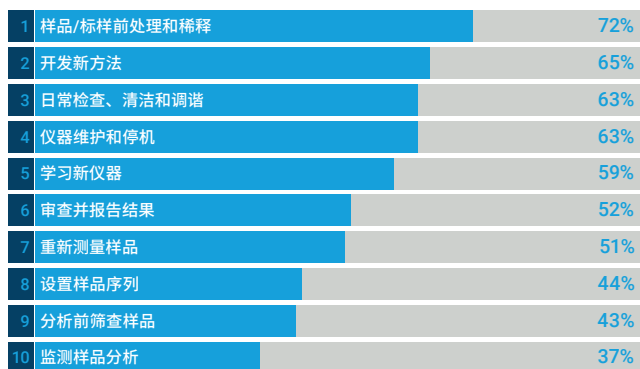


图 1. 在 2020 年 9 月进行的调查中，用户提出的低效率且通常不必要活动（时间陷阱）的排名

近年来，负责开发安捷伦 ICP-MS 系统的工程师致力于提高 ICP-MS 在常规实验室中的可用性。这些开发工作的成果就是最近推出的 Agilent 7850 ICP-MS。7850 以成功的 Agilent 7800 为基础，结合了新性能并提升了软件功能，并将易用性融入了高性能 ICP-MS 套装中。7850 旨在简化各种样品类型的分析，达到常规所需的检测限，并确保在分析物浓度范围内获得准确、无干扰的结果。由此，7850 解决了图 1 中突出显示的多项关键时间陷阱。

准确分析多种高基质样品

人们一直认为，处理高基质浓度和多变样品是常规 ICP-MS 分析中更困难的一面。传统的基质限量为 0.2% (2000 ppm) 的总溶解固体 (TDS)，这意味着在分析前通常必须对样品进行筛查，以评估其基质浓度。一些实验室甚至会两次运行每个样品，对主要和痕量成分使用不同的稀释度。使用安捷伦 ICP-MS 系统时，配备自动气溶胶稀释功能的高基质进样 (HMI) 技术可以消除这些限制。7850 的优势在于 Ultra-HMI (UHMI) 技术，与 7800 ICP-MS 上使用的 HMI 系统相比，UHMI 可提供更高的预定义稀释倍数以及更高的载气流量。UHMI 可分析的未知高基质样品范围更广，同时减少了基质抑制，无需基质匹配校准即可运行不同样品。

安捷伦 ICP-MS 系统配备的 ORS 池针对氦 (He) 碰撞模式进行了优化，从而解决了长期以来基质多原子干扰导致误差的问题。He 模式是针对可能受干扰元素的默认模式，大大减少了耗时的方法开发。用户不再需要确认每个样品

中存在哪些主要元素, 或选择避免潜在重叠的分析物同位素。由于 workflow 更加一致, 常规分析也更容易, 这使得系统操作更易于学习, 并减少了错误的可能性。

氦气模式同时简化了样品和标样的前处理。过去, 许多实验室会从样品和标样中排除 HCl, 以避免由于 Cl 的多原子重叠而引起的错误。7850 的 He 模式可靠地解决了 Cl 的重叠问题, 因此 HCl 可用于常规样品前处理和稳定。加入 HCl 可消除实验室过去遇到的许多分析物不稳定性问题, 例如, Ag 和 Sn 的线性较差, 以及 Hg 进样/清洗缓慢。实际上, ICP-MS 用户常常会意外发现, 加入 HCl 可以稳定汞, 使其成为多元素组中的一部分得到分析。

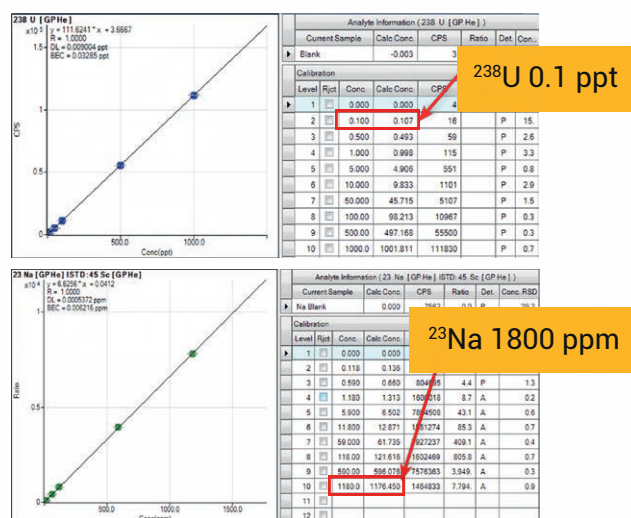


图 2. 分析物的浓度范围为 0.1–1180 ppm, 总范围超过 10 个数量级

实验室换用 ICP-MS 替代现有金属分析技术的原因之一, 在于其能够在一次运行中测量主要和痕量元素。但是, 涵盖许多法规方法所需的全部浓度范围并不是很轻松。某些 ICP-MS 系统需要设置自定义反应池电压, 以减弱主要元素的离子传输。其他系统则需要降低透镜电压或选择

低增益检测器模式。7850 采用了更简单可靠的方法 — 在检测器中提供总共达 10 个数量级的分析范围。7850 可测量的范围从 0.1 ng/L (ppt) 的痕量标样起, 到超过 1000 mg/L (ppm) 的完全电离的单一同位素元素 (如 Na)。图 2 所示的宽分析范围意味着可以对多种样品类型使用一致的方法, 从而消除了超范围结果以及随之而来的重复分析。

简单直观的 7850 ICP-MS 工作流程

Agilent ICP-MS MassHunter 的最新版本 5.1 版包含了新功能, 能使 ICP-MS 的设置和常规操作比以往更加轻松。改进的方法向导功能可确保方法设置快速无误。运行前后的性能检查可监测系统性能, 并在需要任何干预时给出建议。早期维护反馈 (EMF) 可根据实验室的样品类型和工作量安排常规维护任务。EMF 与全新的帮助和学习中心相关联, 使安捷伦 ICP-MS 专业知识触手可及。常见用户任务视频、教程和交互式故障排除指南仿佛常驻实验室的专家。

配备 ICP-MS MassHunter 的 7850 可与基于浏览器的 ICP-Go 用户界面选项相结合, 从而简化常规分析。7850 还可与 ICP-MS 分析仪相兼容, 一站式设置法规方法。

关于 Agilent 7850 ICP-MS 的更多信息

产品样本: Agilent 7850 ICP-MS, [5994-2302ZHCN](#)

宣传单页: 摆脱工作流程中常见的时间陷阱,

[5994-2758ZHCN](#)

应用简报: 使用 ISO 方法 17294-2 快速、准确地分析水中的 28 种元素, [5994-2804ZHCN](#)

应用简报: 使用 ICP-MS 和不连续进样进行常规土壤分析, [5994-2933EN](#)

技术概述: 用于 ICP-MS 的 Agilent IntelliQuant, [5994-2796ZHCN](#)

宣传单页: ICP-MS 仪器的智能状态检查, [5994-2780ZHCN](#)

ICP-MS IntelliQuant 扩展常规食品分析中的可用信息

Jenny Nelson 和 Ed McCurdy, 安捷伦科技有限公司

食品常规元素分析

食物中的元素含量需要常规监测, 以检测必需营养元素和重金属等潜在有害元素的浓度。通过确认原产地、鉴定标签虚假或检测掺杂物等方式, 元素浓度也可用于帮助打击食品掺假。无论分析的目的为何, ICP-MS 常常是食品元素分析的首选技术。ICP-MS 可提供快速多元素分析、低检测限、宽动态范围和高样品通量。ICP-MS 还可以轻松与 HPLC 色谱设备联用, 从而提供食品法规中经常要求的形态分析。

安捷伦单四极杆 ICP-MS 仪器非常适合常规食品分析, 并提供通常所需的良好基质耐受性、有效光谱干扰控制以及在宽浓度范围内的分析。食品样品中通常含有高含量且多变的基质, 如果 ICP 等离子体未得到充分优化, 可能会导致信号漂移和抑制。安捷伦 ICP-MS 系统在稳定等离子体 (低 CeO) 标准条件下运行, 可提供出色的基质耐受性。高基质进样 (HMI/UHMI) 技术进一步提高了等离子体的稳定性, 可用于分析含量百分比特别高的样品基质。HMI/UHMI 的另一个优势在于可借助简单的合成校准运行多种的高基质样品消解物, 无需进行基质匹配。

安捷伦 ORS⁴ 碰撞/反应池经过优化, 可利用氦 (He) 碰撞模式和动能歧视 (KED) 有效控制常见的多原子干扰。优化的 He 模式不再需要对 Se 等元素使用反应池气体^[1]。对于较不常见的光谱干扰, 例如使用 He 模式无法分离的双电荷离子重叠, 安捷伦半质量模式会自动校正影响, 从而确保分析准确。

ICP-MS MassHunter IntelliQuant 可提供每个样品的完整元素信息

ICP-MS MassHunter 软件包含多项功能, 可帮助实验室更有效地运行 ICP-MS 分析, 提高准确性和确定性, 并避免重新分析。从 4.6 版本开始, ICP-MS MassHunter 包含了 IntelliQuant 功能, 可通过在 He 模式下进行 2 秒钟的快速扫描, 更深入地了解每个样品的成分。无需额外的样品、标样或 QC 分析。

IntelliQuant 计算结果包括所有元素, 不限于定量分析方法中包括的分析物。例如, US FDA EAM 方法 4.7 规定了食品样品中 12 种元素的分析, 即砷、镉、铬、铜、铅、锰、汞、钼、镍、硒、铈和锌。而 IntelliQuant 可计算多达 78 种元素的半定量浓度, 从而提供有关样品成分更多的有价值信息。

IntelliQuant 数据可通过结果表或周期表热力图进行查看。元素周期表视图的显示方式便于解析每个样品中所有元素的浓度范围; 颜色越深表示浓度越高。图 1 展示了使用 Agilent 7800 ICP-MS 分析黑巧克力样品的热力图^[2]。

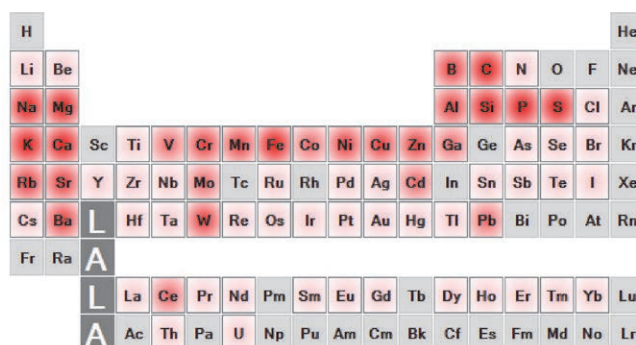


图 1. 从黑巧克力中采集的 ICP-MS IntelliQuant 数据元素周期表热力图

当用户浏览结果表时, 热力图会更新显示当前选定的样品, 从而使查看和比较结果快速简便。鉴定污染物也很容易。

图 2 展示了如何使用 IntelliQuant 数据扩展常规 ICP-MS 分析中可获得的信息。图中显示了几种不同食品消解物的部分元素周期表热力图, 重点突出了钨 (W) 的含量。EAM 4.7 中不包括 W, 因此未进行定量测量, 但图 2 中的热力图显示了黑巧克力样品中 W 的含量相对较高。原始巧克力样品中测定的 W 半定量浓度为 1.2 mg/kg (ppm)。

还在甜甜圈和熊软糖样品中发现钛 (Ti) 的含量相对较高。较高的含量可能来源于二氧化钛食品添加剂 (广泛用作糖霜中的增白剂)。

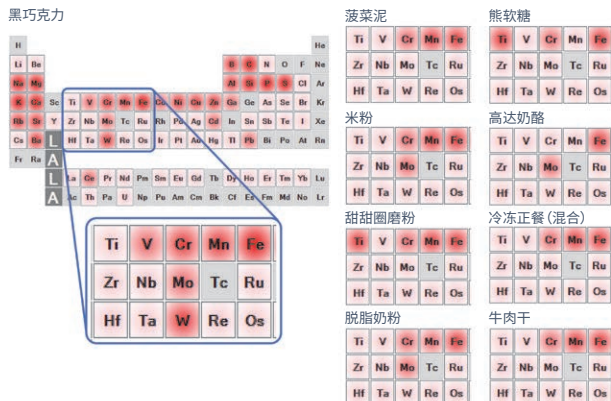


图 2. 各种食品消解物的元素周期表热力图, 显示了黑巧克力中 W 以及甜甜圈和熊软糖中 Ti 的含量相对较高

IntelliQuant 全质谱快速扫描采集默认在 He 碰撞池模式下进行, 因此可以有效消除常见的多原子干扰。这意味着通过使用同位素丰度模板匹配, IntelliQuant 结果提供了确认额外或意外分析物的可靠方法。图 3 显示了针对黑巧克力样品采集的全质谱快速扫描谱图的一部分; 针对 W 和铅 (Pb) 选择了自然同位素丰度模板。

测得的质谱与理论同位素丰度极其相近, 从而增加了数据可信度, 在确认检测结果时非常实用。

调谐模式 = 快速扫描: 132SMPL.d

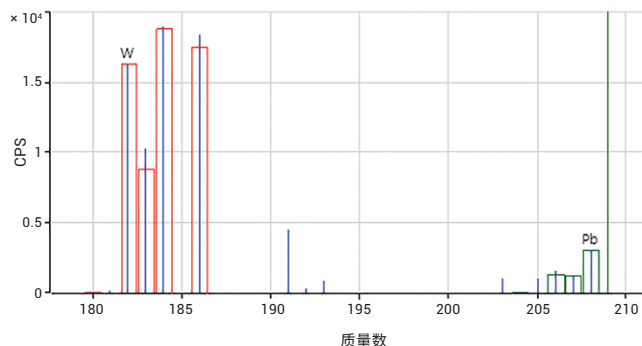


图 3. 针对黑巧克力样品的全质谱范围快速扫描结果局部, 展示了利用同位素模板匹配确认含有 W 和 Pb。显示的其他峰来自 Ir 和 Bi 内标

结论

ICP-MS 通常是食品行业中元素分析的首选技术。ICP-MS 的独特优势在于对高含量和多变基质具有良好的耐受性、对多原子干扰的有效控制以及涵盖超痕量到主要元素浓度的测量性能。但是从该技术中获得的信息范围常常未得到充分利用。

通过将 He 模式全质量快速扫描采集与 IntelliQuant 自动半定量校准相结合, ICP-MS MassHunter 软件现在可帮助用户从每个样品中提取更多信息。IntelliQuant 仅需两秒钟的额外采集时间, 无需进行额外的校准或样品分析, 即可提供几乎每个样品中每个元素的半定量结果。额外的样品信息易于查看和解析, 并可以提高用户对数据质量的信心, 从而减少了重新运行样品的需求。

更多信息

1. 使用安捷伦 ORS⁴ 碰撞反应池的增强氦气碰撞模式, 安捷伦出版物, [5994-1171ZHNCN](#)
2. Jenny Nelson 等人, 安捷伦出版物, [5994-2839EN](#)

使用配备 Quick Change 快速更换阀头的 HPLC-ICP-MS 进行自动化多元素形态分析

Aimei Zou¹, Shuofei Dong², Yuhong Chen² 和 Chee Sian Gan¹

¹ 安捷伦科技 (新加坡) 有限公司, ² 安捷伦科技 (中国) 有限公司

使用 HPLC-ICP-MS 的形态分析

ICP-MS 广泛作为多种行业和样品类型中痕量元素分析的首选技术。但是, 总元素分析并不总能提供全部信息。包括 As、Hg、Cr、Pb、Sn、Br、I、Se 和 Sb 在内的数种元素的迁移率、生物利用度和毒性取决于元素的化学形式或形态。为了能够在分析之前分离出这些不同的化学形式, 可将 HPLC 等色谱技术与 ICP-MS 联用^[1]。

HPLC-ICP-MS 方法通常用于检测可在在一根色谱柱上分离的形态, 表明这种方法通常仅限于测量单个元素的不同形式。但是, 实验室通常需要分析每个样品中多种元素的形态, 例如监测海产品中的无机砷、有机锡和甲基汞。可以使用相同的色谱柱和流动相^[2] 来运行多种元素形态分析, 但这可能会导致条件受到影响和性能下降。因此, 实验室通常针对每个元素运行一个单独的序列, 并在运行序列之间手动更改色谱柱和流动相。这种方法则会影响周转时间和效率。

Quick Change 快速更换色谱柱选择阀阀头

图 1 所示的安捷伦的 Infinity II HPLC 大容量柱温箱 (MCT) 可配备 Quick Change 快速更换阀头, 并在 2、4、6 或 8 个色谱柱位置间进行切换。还提供了溶剂选择阀, 可在多达 12 种不同的流动相之间进行切换。全套 HPLC-ICP-MS 系统由 Agilent ICP-MS MassHunter 软件控制, 可使用多种色谱柱和方法进行自动分析, 每根色谱柱均以最佳流动相运行。可运行多种形态分析方法的自动化序列可提高效率和灵活性, 同时实现无人值守的整夜运行。



图 1. 配备 Quick Change 快速更换阀头的 Agilent 1260 HPLC 大容量柱温箱

本文介绍的研究使用三种单独方法测定无机砷、甲基汞以及溴和碘的不同形态, 展示了无人值守 HPLC-ICP-MS 分析的灵活性和重现性。

实验部分

使用配备四元泵和 InfinityLab Quick Change 快速更换 4 色谱柱选择阀阀头 (部件号 G4237A) 的 Agilent 1260 Infinity II HPLC 系统。四元泵最多可以控制四个流动相, 因此本研究中使用的 3 种方法 (4 种元素; 7 种形态) 不需要溶剂选择阀。使用安捷伦液相色谱连接工具包 (部件号 G1833-65200) 将 HPLC 与 Agilent 7900 ICP-MS 联用, 如图 2 所示。所用的 HPLC 方法 (见表 1) 基于之前的研究; 详细信息请参见参考文献 3。

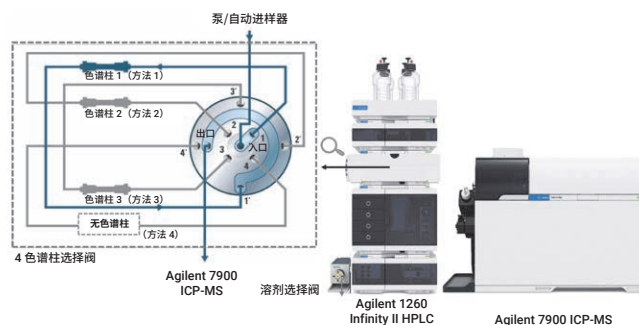


图 2. Agilent 1260 HPLC 与 Agilent 7900 ICP-MS 联用

表 1. 三种方法使用的色谱柱和流动相

方法	流动相	色谱柱
1. As(III) 和 As(V)	2.0 mmol/L PBS、0.2 mmol/L EDTA、10 mmol/L CH ₃ COONa、3.0 mmol/L NaNO ₃ 、2% EtOH, pH 11.0 (用 NaOH 调节)	阴离子交换色谱柱, 安捷伦部件号 G3288-80000
2. CH ₃ Hg	2% MeOH、0.5g/L L-半胱氨酸, pH 2.3 (用 HCl 调节)	Zorbax Eclipse Plus C18, 安捷伦部件号 959941-902
3. 溴和碘	5.0 mmol/L NaH ₂ PO ₄ 、15.0 mmol/L Na ₂ SO ₄ 、5.0 mmol/L EDTA	阴离子交换色谱柱, 安捷伦部件号 G3268-80001

为了证明自动色谱柱切换在常规无人值守分析中的适用性, 3种形态分析方法在3天时间中以不同序列运行, 如图3所示。参考文献3中提供了3天分析中的方法性能, 即线性、回收率和精度。



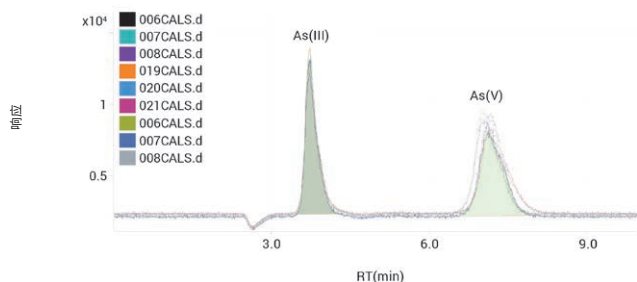
图 3. 自动化多方法 HPLC-ICP-MS 序列在 3 天内的实验流程图

当天内和不同天数间的稳定性

图 4 显示 3 天内, 对 iAs、CH₃Hg、IO₃⁻、I⁻、BrO₃⁻ 和 Br⁻ 的单一或亚 ppb 级校准标样分析所得的叠加色谱图。在每天的分析中, 色谱柱和流动相的自动切换可确保分离所有形态并使用最佳 HPLC 条件进行测定。

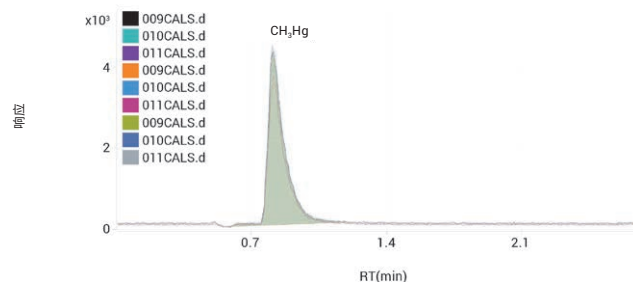
A: 1 ppb As (III) 和 As (V) 标样的 9 次重复进样

全时间范围 EIC (75): 006CAL.S.d

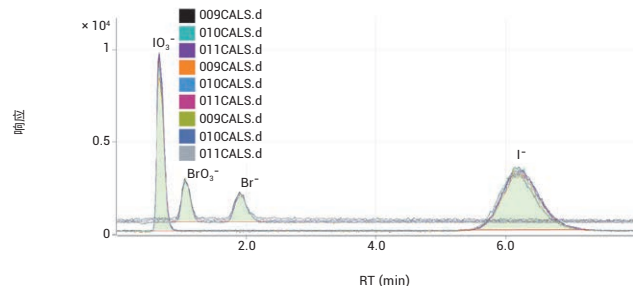


B: 1 ppb 甲基汞标样的 9 次重复进样

全时间范围 EIC (201): 009CAL.S.d

C: Br⁻、BrO₃⁻、I⁻ 和 IO₃⁻ 标样的 9 次进样 (分别为 2、2、1、0.5 ppb)

全时间范围 EIC(79/127): 009CAL.S.d

图 4. 校准标样重复进样的重叠色谱图。A: As(III) 和 As(V), B: CH₃Hg, C: Br 和 I 不同形态, n = 9

结论

HPLC-ICP-MS 现在可以扩展用于元素形态分析, 实现在一次无人值守运行中分析多种方法。Quick Change 快速更换多色谱柱阀头为自动分析提供了支持, 并结合使用溶剂选择阀进行流动相选择。全套 HPLC-ICP-MS 系统由 ICP-MS MassHunter 软件设置并控制, 为常规使用提供了简便易用的集成系统, 兼备支持研究应用的灵活性。

参考文献

- Handbook of Hyphenated ICP-MS Applications, 2nd Edition (ICP-MS 联用技术应用手册, 第二版), 安捷伦出版物, [5989-9473EN](#)
- Wahlen, R. and Catterick, T., *Rapid Commun. Mass Spectrom.* **2004**; 18: 211–217
- Automated Sequencing of Elemental Speciation Methods Using HPLC-ICP-MS with a Quick Change Valve Head (使用配备 Quick Change 快速更换阀头的 HPLC-ICP-MS 进行自动化元素形态序列分析), 安捷伦出版物, [5994-2943EN](#)

祝贺原子光谱大赛获奖者

2020 年是让人难忘的不寻常的一年，安捷伦的北美原子光谱团队通过举办原子光谱竞赛，带来了一些积极的消息。比赛很简单：要求参赛者提出想要完成的研究项目，并解释安捷伦新型 ICP 仪器如何帮助自己实现研究目标。比赛提供了 3 项大奖：安捷伦 ICP 仪器一年的借用权。此次比赛广受关注，大约有 140 项以 ICP-MS 为重点的参赛作品，涵盖了各式各样有趣的创新课题。由三名安捷伦 ICP-MS 专家组成的评审小组根据多项标准对每个参赛作品进行了审核，标准包括对 ICP-MS 必要性的解释程度、研究提案的清晰度以及目标研究的独特性。每个参赛项目都有很大的潜力，引起了评委之间的激烈辩论；经过为期一周的讨论，最终有两项 ICP-MS 提案胜出：

- 巴尔的摩约翰霍普金斯大学的 Jana Mihalic 获得 Agilent 8900 ICP-MS/MS；这是一项跨学科的提案，涵盖了生命科学、农业和人类学等多个领域的研究，旨在共同提高生活质量
- 罗德岛州布朗大学的 Vicki Colvin 获得 Agilent 7900 ICP-MS；他们开发了含有微生物的生物过滤器，可去除饮用水中的有毒污染物

我们感谢所有参与者参加比赛，并期待看到获奖提案的成果。

最新的安捷伦 ICP-MS 出版物

- **应用简报：**根据 US FDA EAM 4.7 ICP-MS 方法测定食品中的关键元素，[5994-2839EN](#)
- **应用简报：**使用配备 Quick Change 快速更换阀头的 HPLC-ICP-MS 进行自动化元素形态序列分析，[5994-2943EN](#)
- **应用简报：**使用 ICP-MS/MS 分析高硅基质样品中的痕量杂质，[5994-2890EN](#)
- **应用简报：**根据 ISO 17294-2 分析水样中的痕量元素，[5994-2803ZHCN](#)
- **应用简报：**使用 ICP-MS 进行土壤样品的常规分析，[5994-2828ZHCN](#)
- **指南：**Agilent 7800/7850/7900/8900 ICP-MS 备件，[5991-7990ZHCN](#)

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)

联系我们：

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价：

www.agilent.com/chem/erfq-cn

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，2021
2021 年 1 月 15 日，中国出版
5994-2944ZHCN
DE44211.1616898148

