

iCAP 7000 Series ICP-OES 法测定奶粉中 Se

高亮 高光晔

赛默飞世尔科技应用中心，痕量元素分析

简介

硒是人类健康的必要元素，具有重要的生理活性功能。现在医学已经证明，硒对抗病毒、保肝护肝等起了重要的作用。随着社会生活水平的提高，人们对婴幼儿食品的要求越来越高，因此对奶粉中 se 的快速、准确测定具有现实意义。目前比较成熟的方法为原子荧光法、荧光法等。本方法采用 ICP-OES 测定奶粉中 Se 的含量，测定方法简单、快速，所得结果的重复性、准确性都较好。本文介绍了具有碰撞反应池的 iCAP Qc ICP-MS，分析速度快且多元素同时测定、线性范围宽、精密度高、准确性好、检出限低、抗干扰能力强。采用 ICP-MS 测定了奶粉消解液中 K、Na、Mg、P、Ca、Cu、Mn、Zn、As、Se、Hg、Pb 元素，方法简便、快速，准确，完全满足现代测试需求。

实验部分

仪器介绍

Thermo Scientific iCAP 7000 系列 ICP 等离子体发射光谱仪

iCAP 7000 系列是 Thermo Fisher 最新开发的 ICP 光谱仪，从 2013 年全球发布以来，以其优异的性能、独特的设计、人性化易使用和多用途高效率等特点获得了市场的广泛认可。iCAP 7000 具有双向和垂直两种观测方式，可以适用于要求低检出限和耐复杂基体各种应用的需求。

直观的、功能强大的 Qtegra 操作软件，对于需要频繁应用标准加入法功能的分析工作者而言，它即可以选择针对同类的样品使用相同斜率的测量方式，以省去分别对每个样



品的加标制备环节，在保证测量结果准确度的情况下而提高了工作效率；又可以选择针对不同类型的样品采取分别独立加标的测量方式以保证各类样品测量结果的准确度。

- 优异的检出限，15 秒积分时间可以获得亚 ppb 级的检出限；
- RACID86 检测器紫外量子化效率高，确保 <190nm 以下波长具有极佳的灵敏度，如 Al 167、P 178、S180 等；
- 新型固态 RF 发生器采用变频快速匹配，适合于有机、高基体等样品直接进样；
- 高分辨率，200nm 处光学分辨率为 0.007nm，P213.618、Cu213.598nm 谱线可完全分开；

ThermoFisher
SCIENTIFIC

- 高效快速分析，以及实时的背景校正技术，可在 1 分钟内完成多达 60 个元素的测定；
- 独有的可拆卸式全套陶瓷炬管，能够耐受任何试剂进样，充分延长使用寿命，并利于更换清洗；

方法提要

本文采用 iCAP 7400 Duo ICP-OES，用微波消解仪处理样品，用氢化物发生法对奶粉中的 se 做了分析方法的考察，摸索了方法的仪器操作条件。通过改造同心雾化器，选择合理的进样系统配置、等离子体参数、分析谱线选择等内容，详细地介绍了奶粉中 se 的测定方法。

试剂

- 硼氢化钠溶液(10 g/L)：称取 10.0 g 硼氢化钠(NaBH_4)，溶于氢氧化钠溶液 (5 g/L) 中，然后定容至 1000 mL，混匀。
- 铁氰化钾 (100 g/L)：称取 10.0 g 铁氰化钾【 ($\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$) 】，溶于 100 mL 水中，混匀。
- 盐酸 (6 mol/L)：量取 50 mL 盐酸缓慢加入 40 mL 水中，冷却后定容至 100 mL。
- 硒标准应用液：取 100 $\mu\text{g/mL}$ 硒标准储备液 1.0 mL，定容至 100 mL，此应用液浓度为 1 $\mu\text{g/mL}$ 。

实验设备及器皿

- 超纯水机 (Fisher Scientific)；
- 20~100 μL 、200~1000 μL 微量移液器 (Fisher Scientific)；
- 25mL HDPE 容量瓶 (Thermo NALGENE)；
- 100mL HDPE 容量瓶 (Thermo NALGENE)；

样品前处理

称取 0.5 g (精确至 0.001g) 试样于消化管中，加 10 mL 硝酸、2 mL 过氧化氢，振荡混合均匀，于微波消化仪中消化。冷却后转入三角瓶中，加几粒玻璃珠，在电热板上继续加热至近干，切不可蒸干。再加 5.0 mL 盐酸，继续加热至溶液变为清亮无色并伴有白烟出现，将六价硒还原成四价硒。冷却，转移试样消化液于 25 mL 容量瓶，加铁氰化钾溶液 2.5 mL，盐酸 5mL，定容，混匀备用。同时做空白试验。

标准溶液制备

标液溶液配制：分别取 0.00 mL，0.2 mL，0.4 mL，0.6mL，0.8 mL，1.0mL 标准应用液于 100 mL 容量瓶中，再分别加盐酸 20 mL，铁氰化钾溶液 10 mL，用去离子水定容至 100 mL，混匀，制成标准工作曲线。

仪器参数

仪器条件	设置条件
进样泵管	Aqueous mini pump sample tubing
排液泵管	Aqueous mini pump drain tubing
泵速	50 rpm
雾化器	同心圆雾化器
载气流量	0.50 L/min
雾化室	石英旋流雾室
炬管中心管	1.5 mm 中心管
观测方式	轴向
RF 功率	1150 W
辅助气流量	1.5 L/min
积分时间	10 秒
重复次数	3

波长选择

表 2. 分析元素波长选择

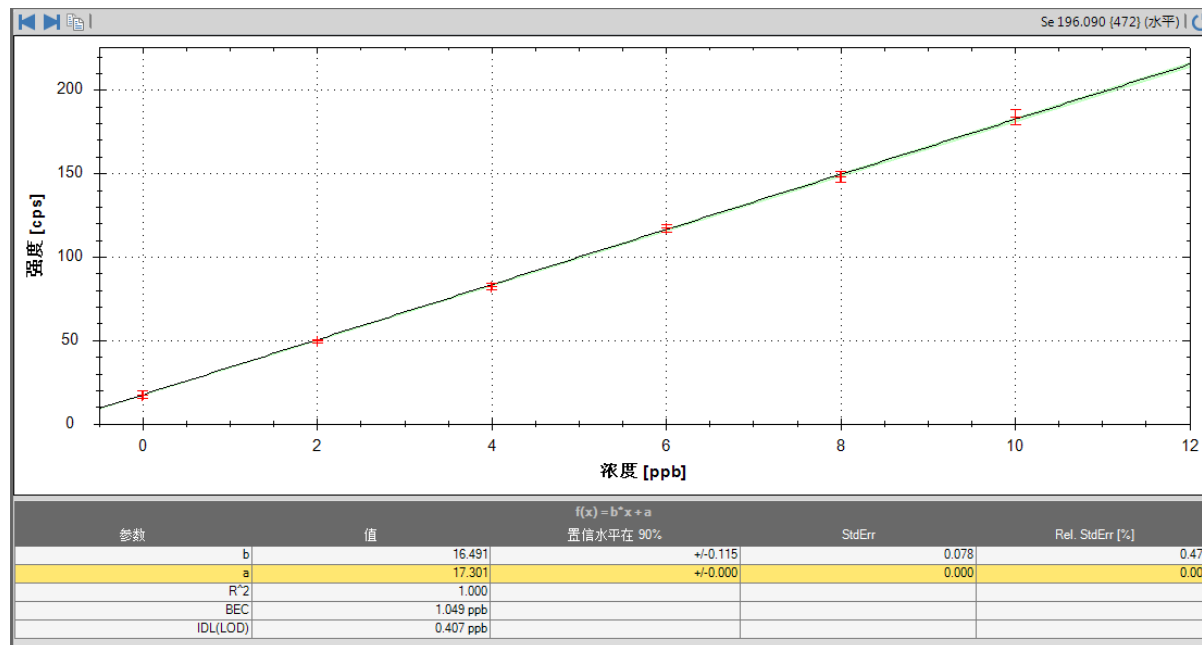
元素	波长 (nm)	级次
Se	196.090	472

标准曲线

按设置的仪器参数条件，依次吸入标准样品溶液，进行标准曲线的测量，标准曲线信息如下：

表 3. 分析元素标准曲线信息 (轴向观测)

元素	拟合方式	斜率	相关系数
Se190.090	线性	16.491	1.000



测量结果

1. Se 检出限及方法定量限:

实验采用试剂空白，进行连续 11 的测量，其中以 11 倍空白的 3 倍标准偏差做为该条件下的方法检出限 ($\mu\text{g/Kg}$)，方法定量限采用 11 次空白溶液的 9 倍标准偏差乘以稀释因子 50 (0.525)

元素	波长 (nm)	方法检出限 MDL, ($\mu\text{g/Kg}$)	方法定量限 MQL, (mg/kg)
Se	196.090	0.41	0.062

2. 回收率实验

实验选择 2 种奶粉样品进行了加标回收率实验：按样品前处理方法，在定容之前向样品中加入一定量的标准溶液，之后定容至 25 ml，进行回收率测定。结果见下表。

Sample	Se196.090
N001	103.0
N002	100.8

结论

实验使用 Thermo Scientific iCAP 7400 Duo 光谱仪，通过优化仪器参数条件、选择合适的进样系统配置，采取氢化物发生法，能够很好的进行奶粉中 se 的测定。对于能够有效检出的样品含量其多次测量精密度小于 5%，同时通过回收率实验验证，各元素的回收率可以控制在 95%-105% 之间，能够最大程度上保证测量结果的可靠性和重复性。



赛默飞
官方微信



赛默飞色谱
与质谱中国

热线 800 810 5118
电话 400 650 5118
www.thermofisher.com

ThermoFisher
SCIENTIFIC