

用OptiMass同时分析兽医样品中的元素

1. 介绍

一个合同兽医实验室送来待分析的多个样品，要分析其中的营养元素和有害元素。这些样品五花八门，包括土壤样品、血浆、血液、肝脏和甲状腺样品。

分析速度和分析结果的准确度是评价分析仪器的两个最主要的依据。

2. 样品

土壤样品A，肝脏样品B和C，干燥处理后的甲状腺样品D。

血液样品E、F和G用作样品H、I和J的标样。

血浆样品K和L用作样品M、N和O的标样。

土壤样品A、肝脏样品B和C、干燥的甲状腺样品D，由客户自己制备。样品D的基体构成未知。

血液样品E、F和G用作样品H、I和J的标样。由于样品量少，所有送来分析的血液样品都用1% HNO₃和0.05% Triton X-100稀释10倍。在分析之前，样品经离心机分离。

血浆样品K和L用作样品M、N和O的标样。由于样品量少，血浆样品都用1% HNO₃和0.05% Triton X-100稀释10倍。

3. 仪器条件

用OptiMass对所有样品直接进样。

对土壤样品A、肝脏样品B和C、甲状腺样品D，采用MicroMist雾化器；对所有血液和血浆样品，采用Burgener Peek Mira Mist雾化器。

采用两种仪器工作参数：

1. 对高浓度元素，采用1 s的数据采集时间和小进样量；
2. 对低浓度元素，采用5 s的数据采集时间和大进样量。

对血液和血浆样品，采用相同的仪器工作参数和5 s数据采集时间。

对所有设置，每分钟都可以分析2个样品中的元素周期表上所有元素及其同位素。

4. 分析结果

表1显示了所有土壤样品的分析结果。在期望值和实测值之间得到了极佳的相关性，检出限和校正线性度也很好。



表 1. 土壤样品分析结果

土壤样品	元素	期望值 (ppm)	实测值 (ppm)	检出限 (ppb)	校正范围 (ppm)	校正线性度 R ²
A	Pb	128.25 135.00 141.75	135.26	0.006	1.0 – 50	0.9991
	Cu	3.14 3.30 3.47	3.06	0.06	1.0 – 50	0.9954
	Zn	180.50 190.00 199.50	197.87	0.45	0.1 – 50	0.9970
	Cd	1.34 1.41 1.48	1.46	0.01	0.1- 50	0.9945
	Fe	NA	2112.0	0.04	1.0 – 50	0.9964
	Mn	460.75 485 509.25	486.98	0.03	0.1 – 50	0.9927
	Se	0.029 0.03 0.032	0.002	0.06	0.001 – 0.1	0.9990
	Mo	0.076 0.08 0.084	0.003	0.02	0.001 – 0.1	0.9998
	As	9.785 10.3 10.815	10.03	0.14	1.0 - 50	0.9957

NA – Not Available, 不可用 (下同)

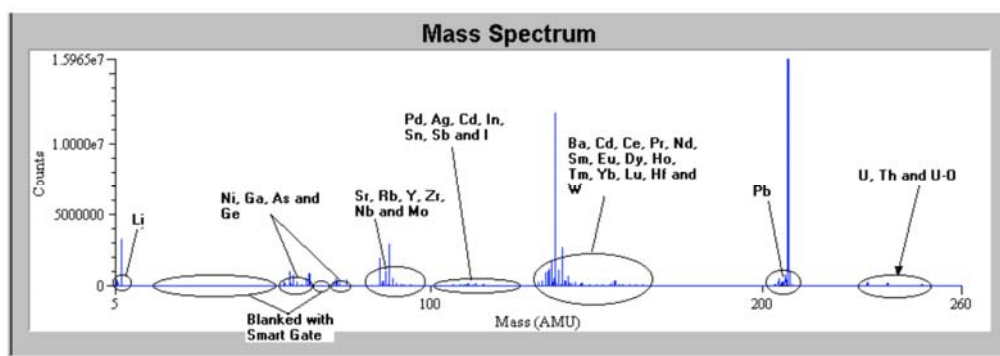


图 1. 土壤样品质谱图

在质量段 10-58.5 和 63.5-70.5 使用 Smartgate 加以消除。采用 5 s 的数据采集时间

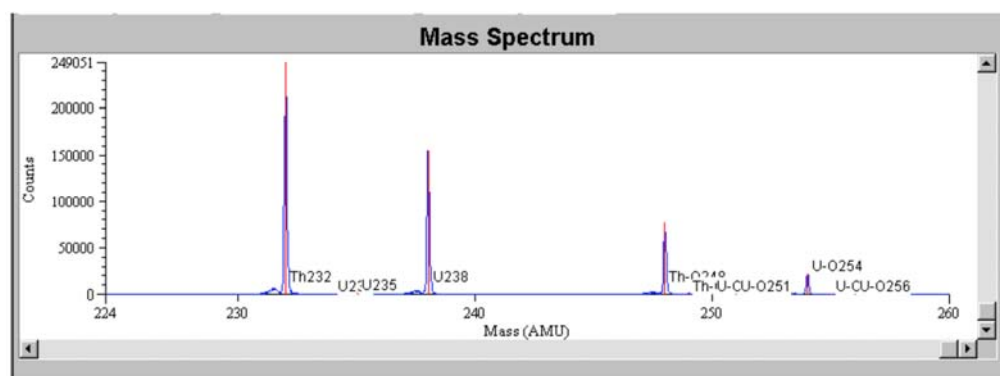


图 2. 土壤样品在质量段 230-260 的质谱图

可以看到 Th²³², U²³⁴, U²³⁵, U²³⁸ 及 Th-Oxides 和 U-Oxides 的同位素

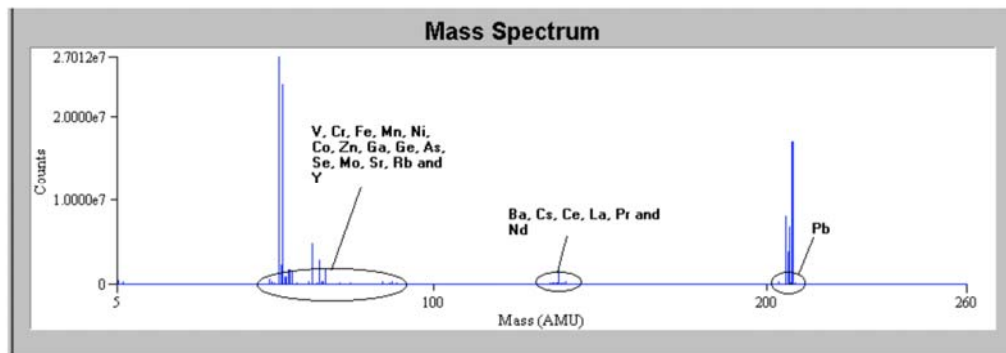


图3. 10倍稀释的土壤样品质谱图。在质量段10-50使用Smartgate加以消除。采用1 s的数据采集时间

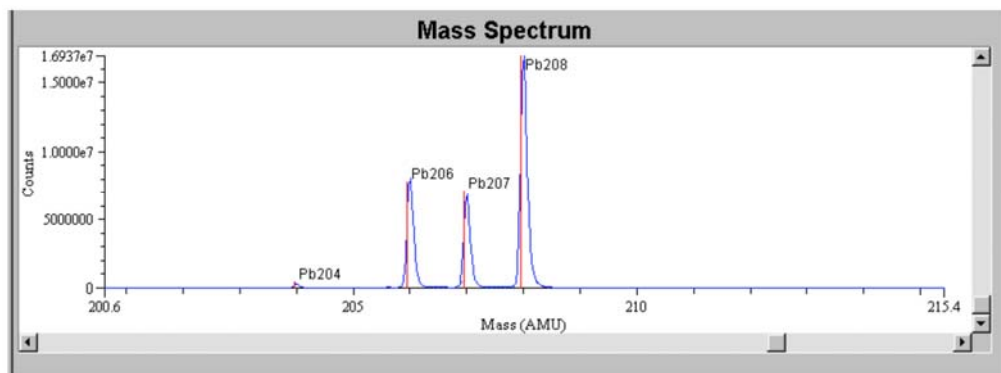


图4. 土壤样品质谱图

Pb的同位素清楚地显示出来。OptiMass具有很高的分辨率，可以把相邻质量数清晰地分辨开来

有两个方法可用于确定在任何特定的质量点是否存在任何干扰。

1. 通过比较峰高和天然丰度灵敏度（红线），用户可以快速确定一个峰是否存在干扰。任何干扰都将使峰偏离天然丰度灵敏度线。对被测的土壤样品，没有发现Pb的同位素（ Pb^{204} 、 Pb^{206} 、 Pb^{207} 或 Pb^{208} ）受到了干扰。
2. 因为OptiMass是同时检测，每个同位素都同时有检测值。如果有任何干扰存在，与未受干扰的同位素所给出的类似结果比较起来，受干扰的同位素将给出差异很大的值。

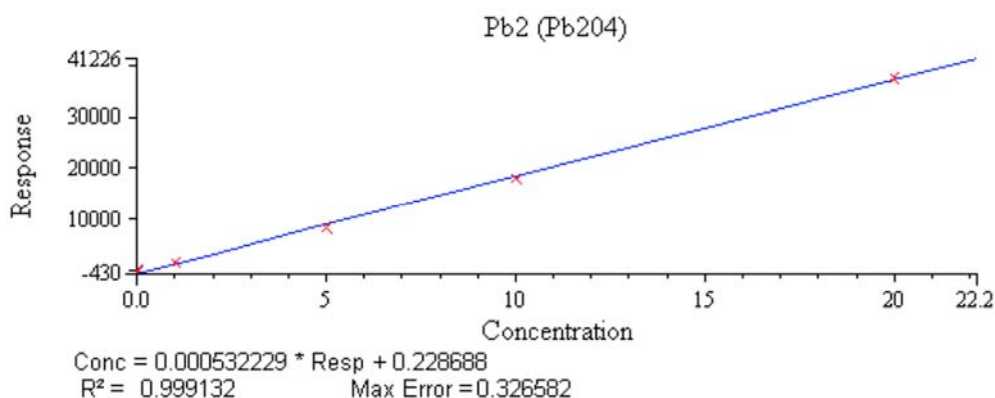


图5. 土壤样品的 Pb^{204} 校正曲线

表 2. 肝脏样品 B 分析结果

肝脏样品	元素	期望值 (ppm)	实测值 (ppm)	检出限 (ppb)	校正范围 (ppb)	校正线性度 R^2
B	Cu	7.60 8.00 8.40	6.56	0.06	100 – 1000	0.9967
	Pb	NA	0.026	0.45	5.0 – 1000	0.9998
	Zn	6.06 6.40 6.72	8.68	0.01	100 – 50000	0.9958
	Cd	NA	5.71	0.04	5.0- 1000	0.9997
	Fe	8.74 9.20 9.66	10.81	0.05	5.0 – 1000	0.9913
	Mn	0.50 0.53 0.56	0.46	0.06	1.0 – 100	0.9995
	Se	0.029 0.03 0.032	0.032	0.02	1.0 – 100	0.9996
	As	0.009 0.010 0.011	0.009	0.14	1.0 - 100	0.9997

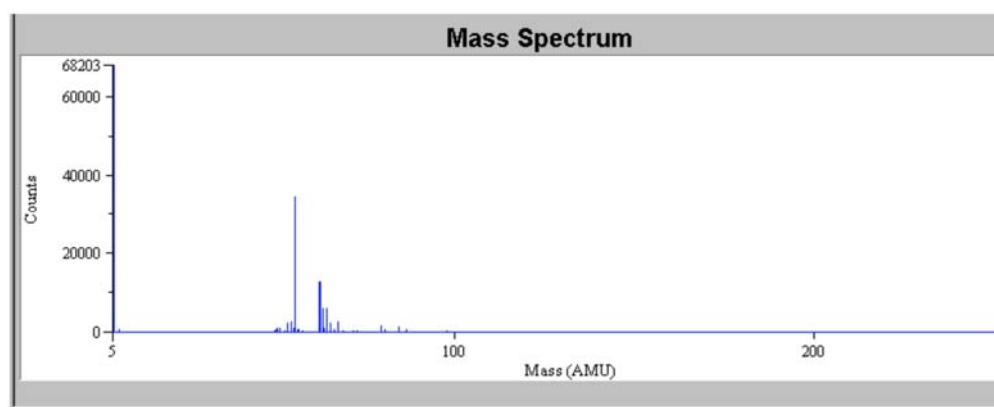


图6. 10倍稀释的肝脏样品B的扫描质谱图

表 3. 肝脏样品 C 分析结果

肝脏样品	元素	期望值 (ppm)	实测值 (ppm)	检出限 (ppb)	校正范围 (ppm)	校正线性度 R^2
C	Cu	12.54 13.20 13.86	13.68	0.06	1.0 – 20	0.9913
	Pb	NA	0.23	0.45	0.001 – 0.1	0.9999
	Zn	12.83 13.50 14.18	13.28	0.01	0.005 – 1	0.9999
	Cd	NA	0.017	0.04	0.005 – 1	0.9999
	Mn	0.38 0.40 0.42	0.41	0.06	0.001 – 0.1	0.9988
	Se	NA	0.56	0.02	0.001 – 0.1	0.9989
	As	NA	0.43	0.14	0.001 – 0.1	0.9997

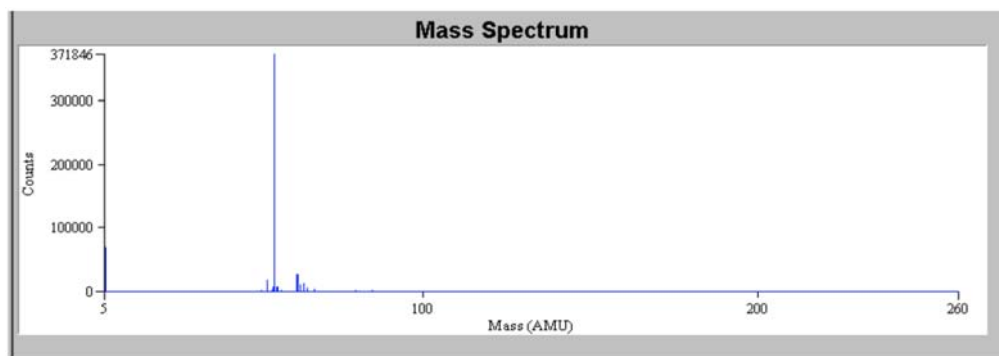


图7. 肝脏样品C的扫描质谱图

表 4. 商品化重构全血液样品分析结果

商品化的重构全血液样品	元素	期望值 (ppm)	实测值 (ppm)	校正范围 (ppm)	校正线性度 R^2
M	Pb	0.252 0.24 0.228	0.244	0.030 – 0.640	0.9994
	Cd		0.016	0.000 – 0.010	1.0000
	Mn		0.032	0.000 – 0.020	0.8791
	Mo		0.005	0.000 – 0.010	1.0000

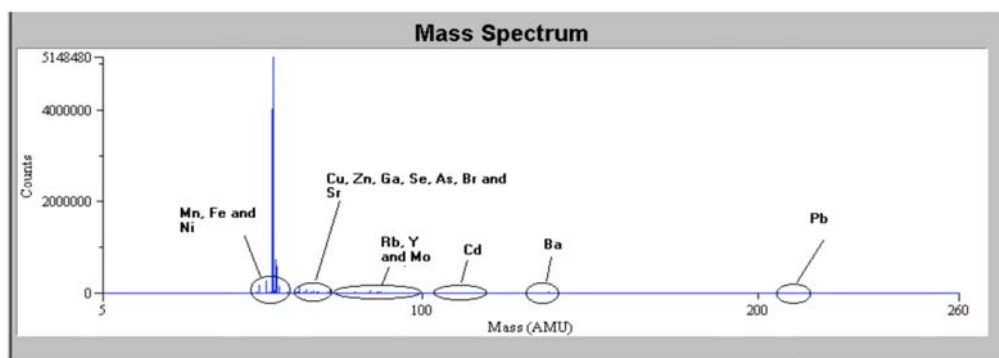


图8. 10 倍稀释的商品化的重构全血液样品的扫描质谱图

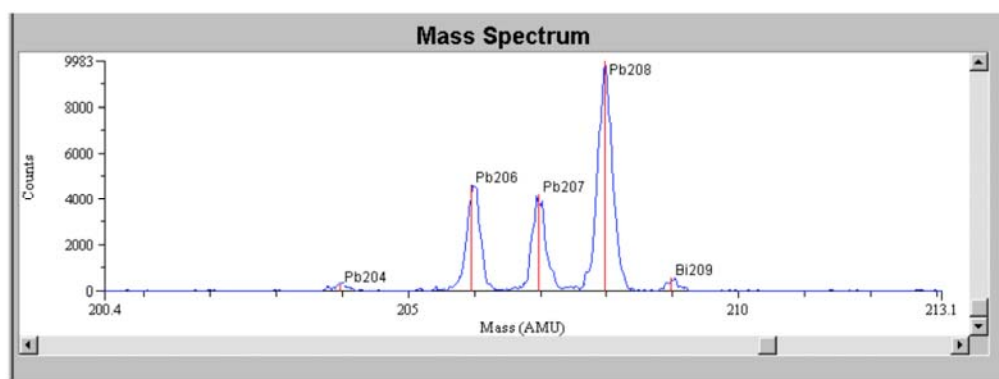


图9. Pb各同位素和1个痕量Bi的质谱图。OptiMass具有很高的分辨率，可以把相邻质量数完全分开

表 5. 10 倍稀释的牛全血液样品分析结果

牛全血液样品	元素	期望值 (ppm)	实测值 (ppm)	校正范围 (ppm)	校正线性度 R^2
	Pb	NA	0.730	0.030 – 0.640	0.9994
	Cd	NA	<0.001	0.000 – 0.010	1.0000
	Mn	NA	0.007	0.000 – 0.020	0.8791
	Mo	NA	0.005	0.000 – 0.010	1.0000

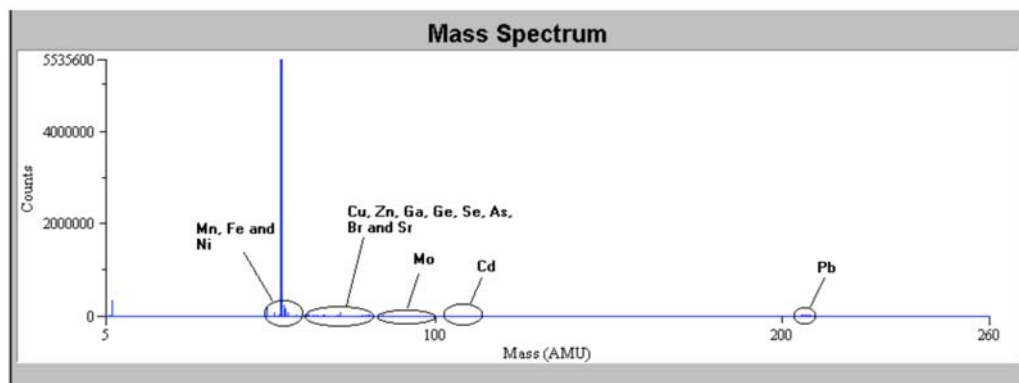


图 10. 10 倍稀释的牛全血液样品的扫描质谱图

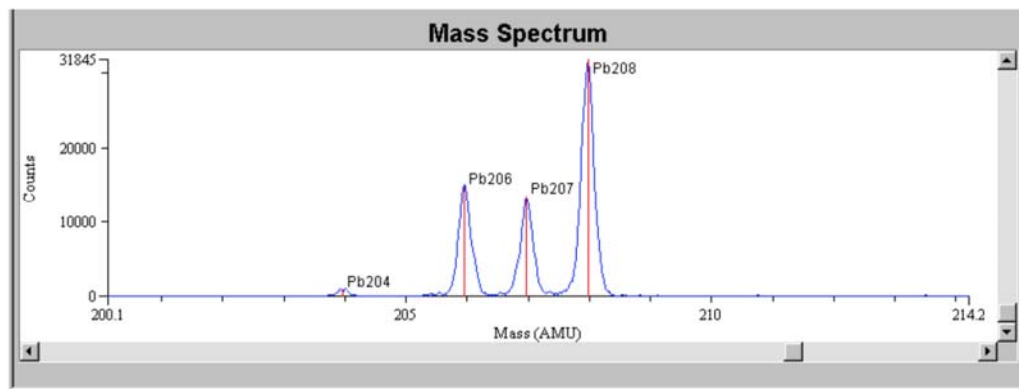


图 11. Pb 的各同位素的质谱图。OptiMass 具有很高的分辨率，可以把相邻质量数完全分开

表 6. 10 倍稀释的天鹅全血液样品分析结果

天鹅全血液样品	元素	期望值 (ppm)	实测值 (ppm)	校正范围 (ppm)	校正线性度 R^2
	Pb	NA	1.66	0.030 – 0.640	0.9994
	Cd	NA	<0.001	0.000 – 0.010	1.0000
	Mn	NA	0.007	0.000 – 0.020	0.8791
	Mo	NA	0.020	0.000 – 0.010	1.0000

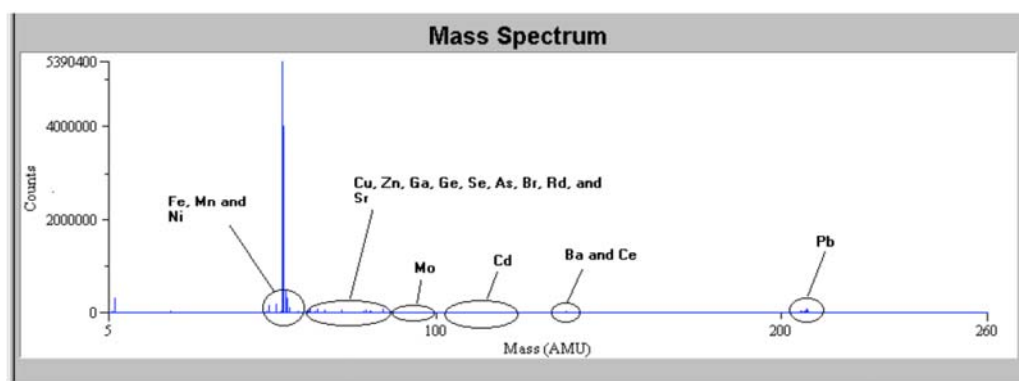


图 12. 10 倍稀释的天鹅全血液样品的扫描质谱图

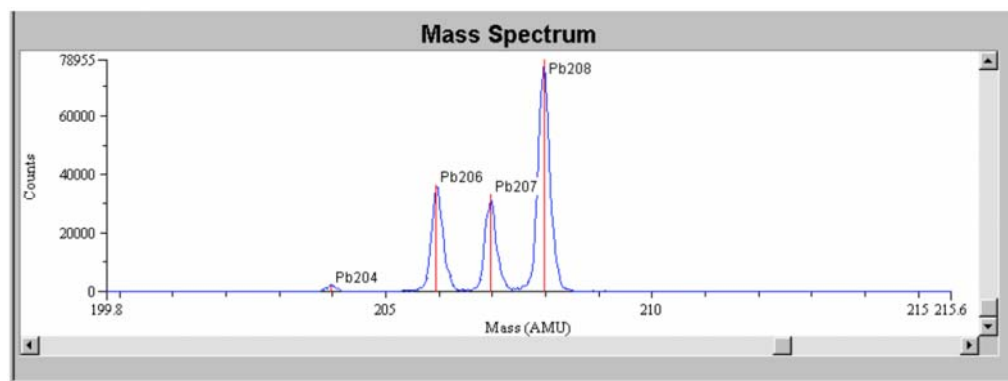


图 13. Pb 的各同位素的质谱图。OptiMass 具有很高的分辨率，可以把相邻质量数完全分开

表 7.10 倍稀释的牛血浆样品 M、N、O 的分析结果

牛血浆样品	元素	期望值 (ppm)	实测值 (ppm)	校正范围 (ppm)	校正线性度 R^2
M	Cu	1.00 0.95 0.90	0.791	0.000 – 0.176	1.0000
	Fe	NA	0.687	0.000 – 0.127	1.0000
	Zn	NA	0.812	0.000 – 0.113	1.0000
N	Cu	0.63 0.60 0.57	0.600	0.000 – 0.176	1.0000
	Fe	NA	1.020	0.000 – 0.127	1.0000
	Zn	NA	0.815	0.000 – 0.113	1.0000
O	Cu	0.82 0.78 0.74	0.780	0.000 – 0.176	1.0000
	Fe	NA	1.060	0.000 – 0.127	1.0000
	Zn	NA	0.635	0.000 – 0.113	1.0000

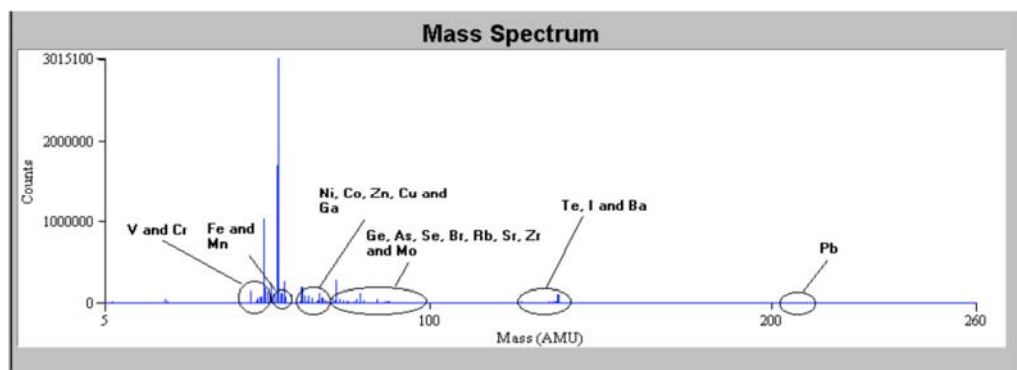


图 14. 10 倍稀释的牛血浆样品 O 的扫描质谱图

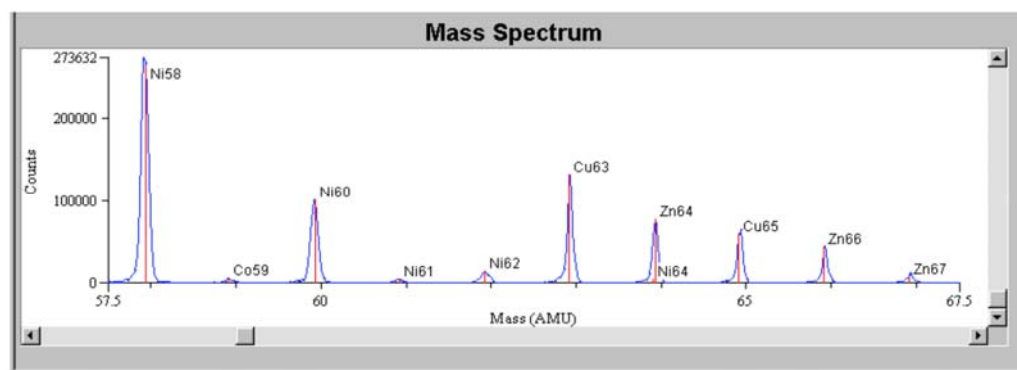


图 15. 质量段 57.5-67.5 的质谱图。OptiMass 具有很高的分辨率，可以把相邻质量数完全分开

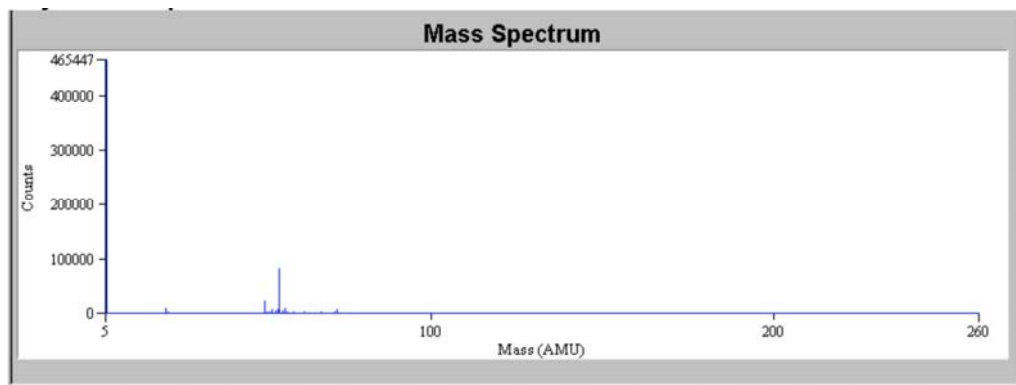


图16. 干燥甲状腺样品的扫描质谱图
I 的期望值是 7.22ppm，但在质量数 127 处并没有峰，表明没有 I

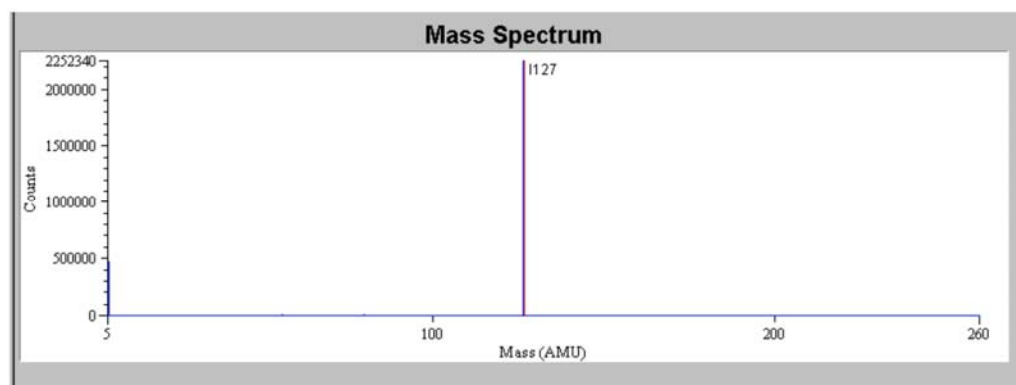


图17. 5 ppm I 标样的质谱图，基体和干燥甲状腺样品相同，这表明 I 是可以检测到的

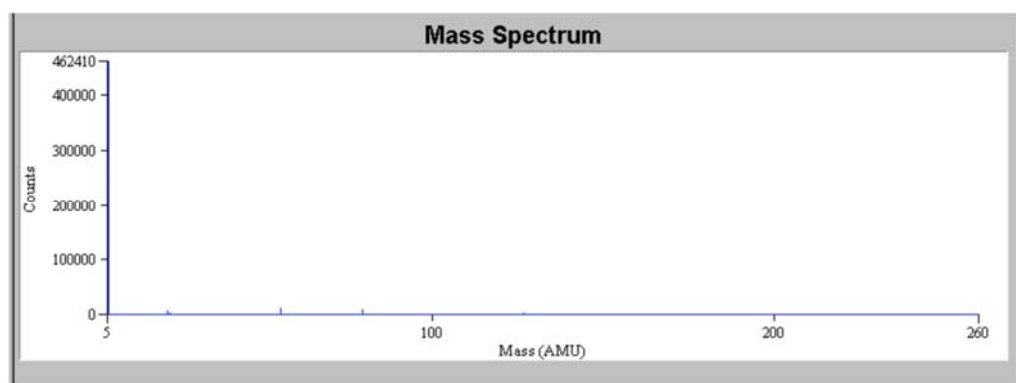


图18. 把 18MΩ 的去离子水加入干燥甲状腺样品相同的基体中得到的空白质量扫描图
结果表明，图17 中的 I 的峰不是相同基体中的干扰造成的。

虽然客户声称样品中含 7.22 ppm 的 I，但 OptiMass 的分析结果表明样品中并不含有 I。随后发现，I 被移送和储存样品的塑料瓶吸收掉了。

5. 讨论

对全部样品都做了全质量扫描质谱图，以确定感兴趣的元素。针对高浓度和低浓度样品，分别制备了校正标样组。对样品做适当的稀释，以与校正范围相匹配。

样品A、B、C、D所提交的样品量只有9 mL！通常，做方法开发就需要50-100 mL的样品。样品E-O的样品量只有1.5 mL，通常，做方法开发就需要25-50 mL的样品。这说明OptiMass的多元素同时检测的属性，使得即便是对少量的样品，也可以快速开发分析方法。

用Lyphochek全血液控制样品对OptiMass 8000进行了优化。内标加到10 ppb的SQ标样中。成功地使用Burgener Peek Mira Mist雾化器完成了血液和血浆样品的测试，在雾化器上没有任何堵塞。

6. 结论

本应用报告对土壤样品A、肝脏样品B和C、干燥甲状腺样品D的分析作了描述。客户提供的已标定的血液和血浆样品用作校正标样，以检测未知样品的浓度。

OptiMass不仅可以得到检测结果，而且结果超出了客户的预期。分析速度使得只用低到1.5 mL的样品量就可以完成完整的方法开发。

OptiMass的同时多元素分析的属性，使其能对任何样品做快速全质量扫描。在甲状腺样品分析中，快速地得出样品中不含I的结论

OptiMass以其对多种样品的兼容性和快速分析的能力，成为生物样品和复杂基体样品分析，特别是对少量样品的分析，不可或缺的工具。

OptiMass的高分辨率，使得挨得很近的峰都可以很好地分开，并可以对这些峰做定量分析。

OptiMass具有每分钟分析2个样品中元素周期表上的全部元素及其同位素的能力，这使其成为任何实验室绝对必要的仪器！



GBC Scientific Equipment Pty Ltd
A.C.N. 005 472 686
12 Monterey Road, Dandenong, Victoria, 3175, Australia
Phone: 61 3 9213 3666 Fax: 61 3 9213 3677

吉必希科学仪器中国有限公司
北京市海淀区上地十街一号院辉煌国际4号楼2215室，100085
Tel : 010-85868011 Fax : 010-85868009