

## 电感耦合等离子体质谱仪

## 低浓度硒测定

## 简介

低浓度硒 (20-80  $\mu\text{g/L}$ ) 对于人体健康来说是一种必要的元素, 但若提高其浓度则会成为有毒物质。硒以不同的形式存在, 从而决定了它的毒性和生物利用率。当前的研究侧重于对单个硒形态或含硒化合物的测定。通过色谱分离, 以电感耦合等离子体质谱对硒进行检测可以完成对不同硒化合物的工作。由于单个硒化合物的临界浓度将明显小于硒的总浓度, 所以更有可能具有对极低浓度的硒进行检测的能力。本应用资料讨论如何使用 ELAN® Dynamic Reaction Cell™ (DRC™) 电感耦合等离子体质谱仪对低浓度硒进行测定。

使用传统四极杆电感耦合等离子体质谱仪, 无法将丰度最大的硒同位素 ( $^{80}\text{Se}$ ) 用于测定, 这是因为存在来自具有相同质荷比 ( $m/z$ ) 的氩等离子体  $^{40}\text{Ar}_2^+$  二聚物的干扰。因此, 通常使用丰度仅为 8.7% 的  $^{82}\text{Se}$  同位素来测定硒。这会限制使用传统电感耦合等离子体质谱仪对硒进行检测的能力 (范围仅在 0.5-10  $\mu\text{g/L}$  之内)。

可使用 ELAN DRC 电感耦合等离子体质谱仪, 通过消除  $^{40}\text{Ar}_2^+$  干扰来克服这一限制。在测定中允许使用最大丰度硒同位素  $^{80}\text{Se}$ , 所得的检出限比使用传统电感耦合等离子体质谱仪所得的结果精确一千倍。

## 实验

所用仪器为 ELAN DRC 电感耦合等离子体质谱仪。ELAN DRC 消除了  $\text{Ar}_2^+$  背景, 以便可在低于 100 ppt 的浓度下对硒进行测定。本应用资料中所述的背景消除是使用甲烷作为反应气体实现的。使用 ELAN 软件自动优化反应气体流速, 从而在最小化  $^{40}\text{Ar}_2^+$  背景的同时使硒的信号传输最大化。此外, 通过动态调谐四极杆反应池的质量带宽, 消除其他的二次反应干扰物。

作者:

Kenneth R. Neubauer 与  
Ruth E. Wolf

PerkinElmer Instruments  
Headquarters Office  
710 Bridgeport Avenue  
Shelton, CT 06484-4794 USA

结果

图 1 显示与理论同位素比率相比的 1% 硝酸中 50 ppt 硒的质谱。所有同位素的理论丰度与测量丰度都正确吻合，这表示实际已消除  $Ar_2^+$  的干扰。在图 2 和图 3 中还可看到关于此项消除的更多证据，这两幅图显示使用 1、5、10 和 20 ng/L 标准样品所得的  $^{80}Se$  和  $^{78}Se$  校正曲线。这些低浓度曲线所表现出的直线性进一步证明了  $Ar_2^+$  干扰已被消除。使用 DRC 电感耦合等离子体质谱仪所获得的检出限显示在表 1 中。

对含痕量金属的饮用水 (high purity Standards, Charleston, SC) 参考物质中的痕量硒进行测定结果见表 2。对该参考物质稀释1000倍后，使硒浓度降低到 10 ng/L。以  $^{78}Se$  和  $^{80}Se$  同位素进行测定，其 10 ng/L 含量获得了很好的回收。有关其它基体中精确度的更多证据显示在表 3 中。表 3 中的数据表明 DRC 电感耦合等离子体质谱仪技术也适用于含氯物质。在 1000 mg/L NaCl 中获得了 50 ng/L 加标的极佳回收率。

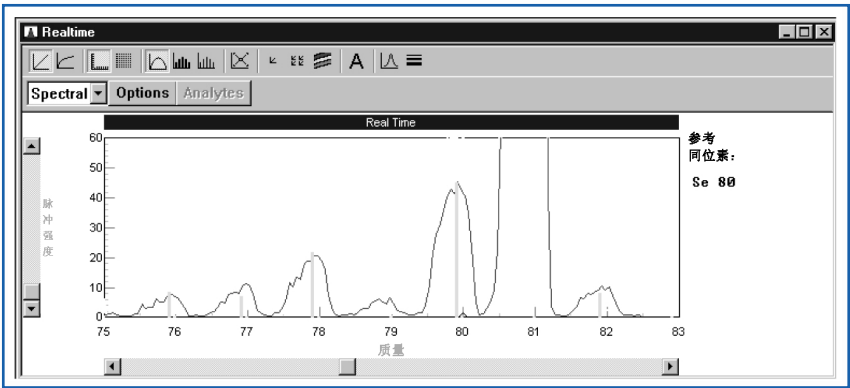


图 1. 1%  $HNO_3$  中 50 ng/L Se 的谱图。

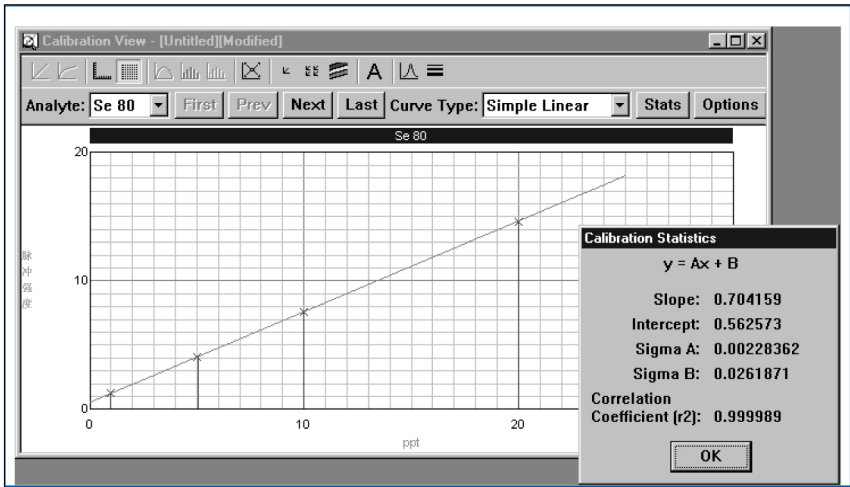


图 2.  $^{80}Se$  的校正曲线。

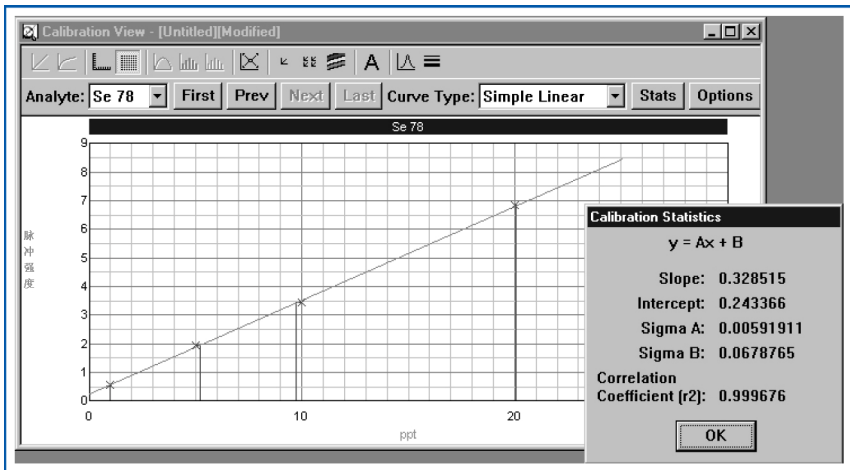


图 3.  $^{78}Se$  的校正曲线。

表 1: 1% HNO<sub>3</sub> 中的检出限

加标浓度 (ppt)	<sup>80</sup> Se IDL (ng/L) DRC 模式	<sup>78</sup> Se IDL (ng/L) DRC 模式	<sup>82</sup> Se IDL (ng/L) 标准模式
1	0.7	1.2	131
5	0.9	1.5	未检测
10	1.7	1.5	未检测

表 2: 分析高纯度标准样品 SRM 中 10 ng/L Se - 饮用水中的痕量金属

	<sup>80</sup> Se (ng/L)	<sup>78</sup> Se (ng/L)
重复 1	9.77	11.80
重复 2	9.26	9.24
重复 3	10.68	10.83
平均值	9.90	10.62
标准偏差	0.72	1.29

表 3: 1000 mg/L NaCl 中 50 ppt Se 加标回收率

	<sup>80</sup> Se (回收百分比)	<sup>78</sup> Se (回收百分比)
重复 1	93	101
重复 2	98	98
重复 3	101	90
平均值	97	96
标准偏差	4	6

## 结论

本研究的结果表明 ELAN DRC 电感耦合等离子体质谱仪可准确测定低浓度硒，检出限为 1 ng/L 甚至更小。这可通过使用动态反应池电感耦合等离子体质谱仪，以甲烷为反应气体，以及使用可调谐的 DRC 质量带通完全消除 Ar<sub>2</sub><sup>+</sup> 干扰来实现。使用 1、5、10 和 20 ppt 硒标准可以获得极好的线性。10 ppt 硒参考物质的测量结果和在 NaCl 基质中加标 50 ppt 的加标回收率都极其出色。

使用 DRC 电感耦合等离子体质谱仪分析每个样品的时间为每个样品少于 30 秒。此外，DRC 模式可以和测其他多元素的标准模式同时分析。数据采集期间，ELAN DRC 将自动在 DRC 模式和标准模式之间切换，因此只需使用自动进样器向样品管中进样一次。这表示在分析中使用 DRC 模式并未降低效率。

**PerkinElmer Instruments**  
Headquarters Office  
710 Bridgeport Avenue  
Shelton, CT 06484-4794 USA  
电话: (800) 762-4000 或  
[www.perkinelmer.com](http://www.perkinelmer.com)



PerkinElmer 是珀金埃尔默有限公司的商标。ELAN 是 MDS, Inc. 分部 MDS Sciex 的注册商标。Dynamic Reaction Cell 和 DRC 是珀金埃尔默仪器 LLC 的商标。

