

采用 SQ-ICP-MS 进行饮用水的全自动、智能、高通量元素分析

Marcus Manecki, Daniel Kutscher, Christoph Wehe, Robert Henry, Julian Wills and Shona McSheehy Ducos
Thermo Fisher Scientific, Bremen, Germany

关键词：自动稀释；饮用水；ICP-MS；SQ-ICP-MS；氦KED；样品制备；美国EPA Method 200.8方法（5.5版）

目标：根据美国EPA Method 200.8方法（5.5版）的要求，使用SQ-ICP-MS在氦KED模式下进行的稳固并高通量环境样品分析，用以展示Thermo Scientific™ iCAP™ RQ ICP-MS与ESI prepFAST自动稀释系统联用的性能。

引言

很多实验室都会常规地按照EPA 200.8方法对饮用水和废水中微量金属进行定量分析。每周均会进行数千次分析来支持对饮用水污染物和水质的监控和控制。由于标准操作规程（SOP）较为复杂，需要熟练技术人员设置和准备日常分析、积极监控结果，并在分析运行过程中根据需要对样品进行进一步处理。需要技术人员的参与是致使常规运行200.8方法整体费用相对较高的一个因素。

在自动稀释方面的最新进展为许多样品的自动制备，以及针对那些不符合预设限值的样品经自动再运行后的数据查看提供了可能。通过根据一个储备标准自动创建校正组，然后将各样品稀释至预定稀释水平，减少对系统工具和实验室用品的消耗，自动稀释系统节省了分析员的宝贵时间，并减少了总体成本。

快速样品分析效率是实施例行SOPs的另一项驱动因素。本文描述的分析效率是由于自动稀释系统的分开采样，显著减少了进样和清洗时间得以提高，另一原因则是在方法中对所有分析物分析采用单模式测定。

使用以氦作为反应池气体的动能歧视（氦KED）可全面消除干扰并确保分析结果的准确性。然而，其他单四极杆（SQ）ICP-MS系统需要多种方法用于饮用水分析，iCAP RQ ICP-MS碰撞/反应池（QCell）在质量范围内具有高离子传输效率，因此方法中的所有分析物均可在氦KED模式中检测，包括低质量分析物（如锂和铍）。这不仅减少了在不同模式间进行切换所需的额外时间，还简化了方法开发。

本应用指南描述了使用iCAP RQ ICP-MS和ESI prepFAST™自动稀释系统联用情况下对环境样品的全自动、智能、高通量EPA 200.8分析。



方法

美国EPA 200.8（5.5版）的样品制备

所有样品均根据EPA 200.8方法制备。测定饮用水中溶解的分析物时，应将自来水收集至HDPE罐中并酸化至1%v/v HNO₃（Optima级酸，Fisher Chemicals）。分析时，从罐中取出分取试样（20 mL）置于50 mL聚丙烯离心管中。

根据图1概述的方案制备标准溶液和质控（QC）溶液。

质谱仪

iCAP RQ ICP-MS与带SC-2DX自动进样器的Elemental Scientific prepFAST自动稀释系统（图2）联用用于所有数据的采集。时，iCAP RQ ICP-MS在氦KED模式中操作用于所有分析物分析。仪器参数列于表1中。

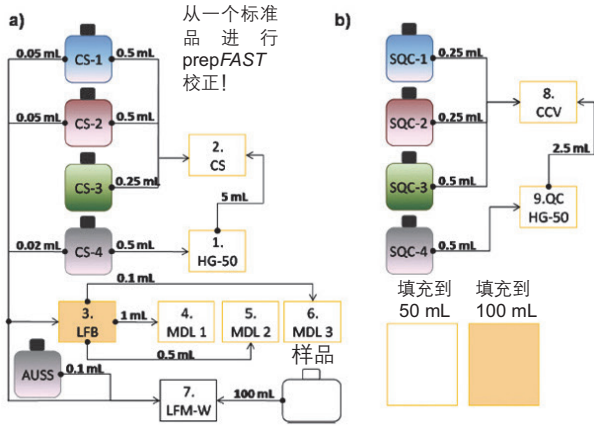


图1. EPA 200.8 所需的 (a) 标准液和 (b) QC 溶液方案。

AUSS: 金标准溶液, CCV: 持续校准验证标准品, CS-1~4: 校准标准品, HG-50: 汞标准溶液 (50 ppb), LFB: 实验室强化空白, LFM-W: 实验室强化基体, MDL-1~3: 确定方法检出限的溶液, SQC-1~4: 质控标准品。

表 1. 仪器条件

参数	值
iCAP RQ ICP-MS	
雾化器	PFA-ST
雾化器气流	1.02 L•min ⁻¹
接口设置	镍锥、高基体截取锥嵌片
碰撞池气流	4.8 mL•min ⁻¹ He
KED 电压	3 V
prepFAST	
样品环	1.5 mL
每次分析时间	66 s

数据分析

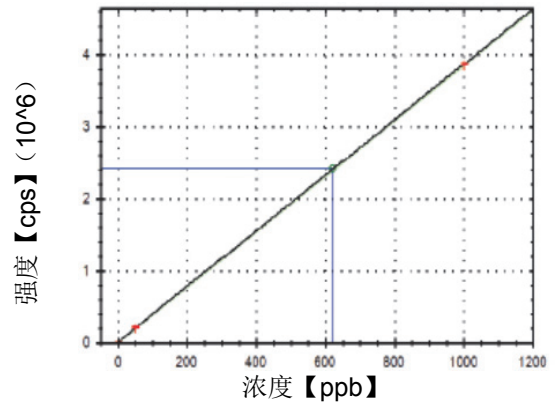
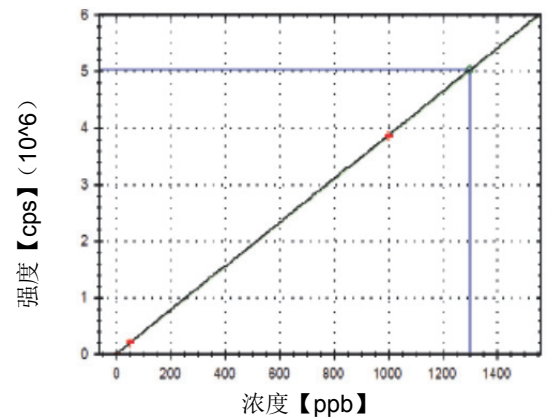
Thermo Scientific™ Qtegra™ Intelligent Scientific DataSolution™ (ISDS) 软件被用于数据的定量评估。使用预定义的EPA 200.8模板工作时, 用户唯一需要执行的操作就是在分析批量中输入待分析样品的数量。Qtegra ISDS软件会自动检查所有须监测的参数, 使其达到符合EPA 200.8的特定标准。不符合所有标准 (如内标回收率或分析物浓度超限) 的样品会被自动稀释至软件计算或定义的合适水平, 接着自动重复检测。

使用prepFast的智能自动稀释

分析中, 所有流量均受高精密注射泵的控制, 能可靠、精确地执行稀释因子高达400倍的稀释。使用智能稀释, Qtegra ISDS软件可记录每个不符合质控要求的分析物。如果分析物超出校准范围 (图3), 智能自动稀释可稀释样品并仅对受影响的分析物重新检测, 无需人工干预。



图 2. 连接至 iCAP RQ ICP-MS (左) 的 prepFAST 自动稀释系统。ESI SC-2DX 自动进样器 (右)。



超出校准曲线的分析物会触发智能自动稀释!

图3. 智能自动稀释对分析物浓度进行重新分析。原样品 (上), 使用稀释因子 2.165 对分析物进行重新分析 (下)。

iCAP RQ ICP-MS的常规性能

根据EPA 200.8方法, 共分析了320多份自来水样品。分析时间平均为每份样品66秒。在整个分析过程中, 对所有分析物浓度及其内标回收率进行监控。10小时内共运行了508次分析。内标回收率符合EPA 200.8方法要求的60-125% (图4)。

质控 (QC) 样品

在分析运行过程中, 每分析10份样品, 就分析一个持续校准确认 (CCV) 质控样品, 以评估校正的准确性。

EPA 200.8方法要求该QC回收率必须在+/- 10%以内或在方法 (表8的5.5版EPA 200.8) 的可接受的限值内。所有元素都可精确到已知浓度和验收标准的 ± 10%内, 重复分析时也十分稳定 (图5)。

每批样品必须至少检测一次带加标已知值的分析物 (图1a, 溶液3) 的强化空白的回收率。本次检测过程中, 会分析32次LFB。图6中显示了计算的回收率。所有分析物均显示回收率在EPA 200.8的限度内 (85-115%)。和每批的LFB回收率相似, 一个样品必须同样加标已知值的分析物 (实验室强化基质样品; LFM)。所有32个LFM (图1a, 溶液7) 样品均在EPA 200.8回收率限值以内 (75-130%)。

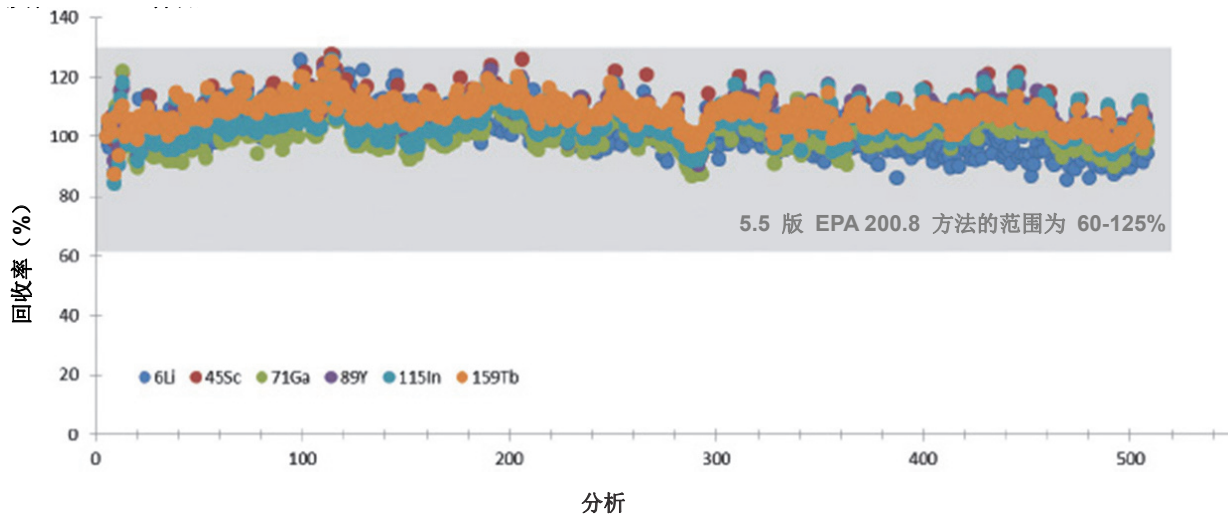


图 4. 流动自来水样品和 QC 的内响应显示回收率符合 EPA 200.8 方法规定的 60-125% 范围。

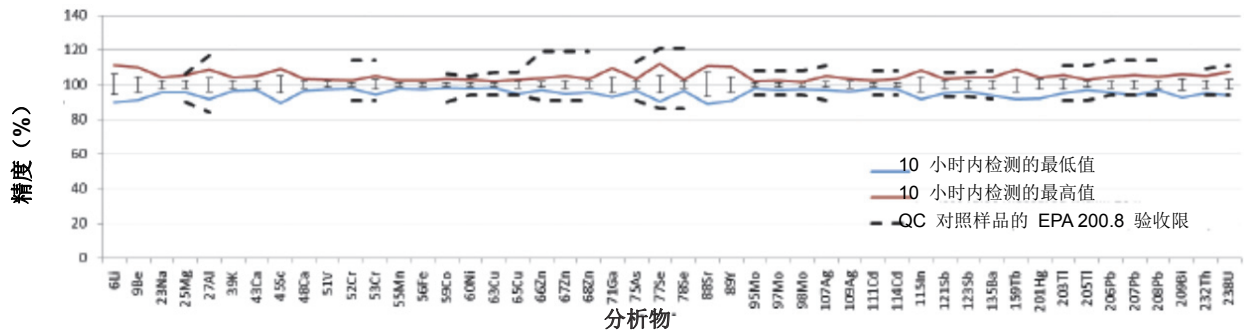


图5. 整批连续校准样品的 QC 回收率和稳定性。

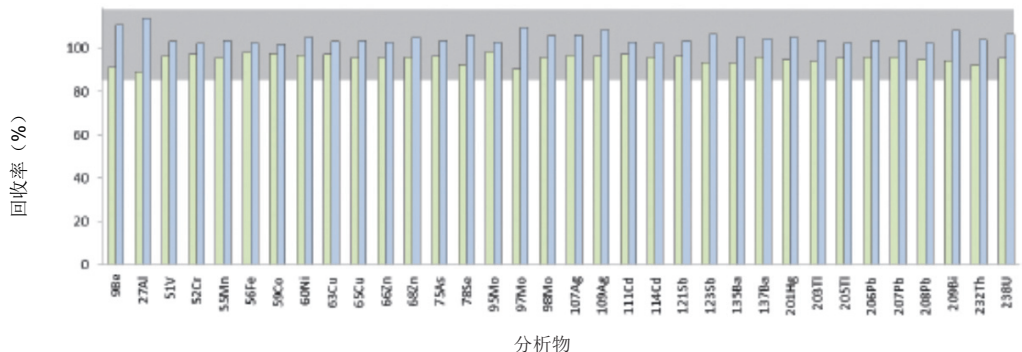


图 6. 检测得出的实验室强化空白 (LFB) 回收率。蓝条显示10小时运行内检测分析物的最高 (绿色最低) 回收率。灰条代表 LFB 回收率的 EPA 200.8 接受范围 (85-115%)。

由Qtegra ISDS软件驱动

全面集成

Qtegra ISDS软件提供了环境样品高通量分析需要的所有必需功能。使用全面集成的prepFAST系统, Qtegra ISDS软件可提供:

- 样品和校准标准品的指定稀释。
- 所有质量控制的持续监控 (强化基质和空白的回收率或重复样品校验)。
- LabBook可使用全QA/QC协议启动一个智能序列, 并可处理和报告结果。
- 综合的, 用户可定义的报告可灵活导出到外部LIMS软件包。

超出校准范围的样品智能自动稀释已完全集成。Qtegra ISDS软件重新检测的样品会被自动添加至样品列表, 并用加号进行清晰识别 (图7)。

结论

配备ESI自动进样器和prepFAST自动稀释系统的Thermo Scientific iCAP RQ ICP-MS用于成功验证USEPA Method 200.8方法。使用配备ESI prepFAST自动稀释系统的稳固的iCAP RQ ICP-MS, 可在人工干预最少的情况下运行整个分析 (包括样品稀释、校准和检测)。优化进样和清洗参数后, iCAP RQ ICP-MS的高灵敏度和稳定性可轻易实现每小时52次EPA Method 200.8方法分析的目标。

稳固性

配备耐高基体嵌片后, iCAP RQ ICP-MS可在漂移最小的情况下进行饮用水的可靠分析。对于较高基质样品需要更加稳固的操作时, 系统可配备稳固的等离子体接口。

效率结合ESI prepFAST自动稀释系统的iCAP RQ ICP-MS是高通量实验室检测环境样品的理想系统。

易用性

系统提供的规范、智能稀释能力可最大限度减少人工样品制备和数据后处理。

不占用工作台空间

集成的双阀组件直接安装在进样系统下方, 将样品路径缩到最短。

Label	Blank	Sample Type	Reus	Met	prepFAST	DE	Standard	Tune	Dilution Factor
Blank	BLK		1	1					
Level 1	STD		1	2			100	Tune B	
Level 2	STD		1	2			10	Tune B	
Level 3	STD		1	2			2	Tune B	
Overrange	LRHQ/Orsk		1	2			1		
Overrange	LRHQ/Orsk		1	2			3.5x		
Washout	QC		1	1			1		

图7. Qtegra ISDS 软件中智能自动稀释过程的屏幕截图。

赛默飞世尔科技 (中国) 有限公司

免费服务热线: 800 810 5118
400 650 5118 (支持手机用户)

ThermoFisher
SCIENTIFIC