

樂盟季刊

Thermo Scientific iCAP Q ICP-MS

人工汗液的重金屬分析

關鍵字

人工汗液、尿液、中草藥

本期內容

- Thermo Scientific iCAP Q ICP-MS人工汗液的重金屬分析
- Thermo Scientific iCAP Q ICP-MS尿液的重金屬分析
- Thermo Scientific 7000 Series ICP-OES 中草藥的重金屬檢測

Reed 的話：樂盟精神

樂盟精神3H是"健康 (Healthy)"、"快樂 (Happy)"與"人性(Humanity)"。

我們以此3H為目標與勉勵自我，讓樂盟伴隨客戶長久的合作關係下一起互相鼓勵與成長。樂盟年輕成員付出最大的努力與客戶相互學習，在無機分析上已結下甜美的果實。而這些努力也許歸於大家秉持"樂盟精神3H"而有互助、互信與互相扶持。

看著樂盟夥伴，在客戶端實驗室中或是我們的實驗室中，藉由認真的眼神與客戶互動下，都可以感受到彼此眼神中的肯定與信賴，相信客戶也對我們的付出肯定！

我們與您目標一致，寄望能將設備透過保養維持好最佳的表現，不管是儀器本身或小至冷卻循環機，真空幫浦等週邊效能維護，讓儀器能夠展現其最大效應。當然也有緊急時，樂盟也有如醫生般的呵護著您的儀器，快速且急迫解決大家的需求。而應用團隊也為了達到客戶要求，穩定性、IDL、MDL或最佳的回收率，甚至追求那1%到0.5%間的差距而努力，見到其不厭其煩替客戶服務，透漏認真與專業，讓我體會到他們是為了客戶付出最大的努力。不管是對分析干擾，不同樣品基質中，也都努力地尋尋覓覓，抽絲剝繭地找尋解答，他們真是"樂在其中"！

前言

科技爆發時代，人類的壽命因醫療技術進步而大幅延長，但伴隨而來的是文明病以及發病年齡逐漸提早的慢性病，因此學習養身保健的要領也是現代人的必修課題之一。

近年來用藥與食品安全意識抬頭，"食品安全、人民監督、政府把關"不再是口號，必須付諸行動。樂盟今年九月中以"食安心、藥安全、環境心"舉辦一年一度的無機分析研討會，樂盟應用團隊將在用藥與食品檢驗的主題之下，利用Thermo Scientific高靈敏度的ICP-MS或ICP-OES等儀器，分析日常生活中接觸的藥品與食品，讓有害的元素無所遁形。

本期期刊中分析人工汗液、尿液和中藥材中的重金屬，Thermo Scientific ICP-MS和ICP-OES是我們在分析上絕佳的利器，加上應用團隊專業的分析能力，開發不同樣品的分析方法，並且以實際數據展示分析的成果，希望在樂盟團隊的努力之下，與分析領域的夥伴們共同學習成長！



Thermo Scientific iCAP-Q ICP-MS人工汗液的 重金屬分析

應用工程師 張僑宏
Email: simon@joytech.com.tw



衣服提供了人體與環境間一個阻隔，具有保溫、遮風、避雨甚至避免蚊蟲咬傷等保護功能，也因此成為與人體接觸最久的物體，所以每日所穿著的衣服是否會對人體健康產生不利的影響是我們所關注的議題。

人工汗液是依據人體代謝產物汗液的成分研製出來的一種人工合成檢驗試劑，主要應用於染色織物的染色牢度測試、電鍍產品顏色牢固度或耐腐蝕程度測試和物體表面金屬釋出測試等領域。物體表面與人體接觸時可能因為人體的汗液成分造成表面的顏料、塗料或電鍍層脫落或退色，而當中所被汗液溶出的金屬離子或有害物質都有可能深入皮膚導致過敏反應或是其他危害。

本實驗依據ISO 105-E04來配製紡織品耐汗漬色牢度測試所使用的人工汗液，使用Thermo iCAP Qc ICP-MS儀器來檢測人工汗液，測試對人工汗液的基質中對各種元素的偵測極限與穩定性。

儀器設定與實驗方法

1. 儀器設定

本實驗使用 Thermo Scientific iCAP Qc ICP-MS分析人工汗液金屬含量，因為溶液中含有高濃度的氯離子，為了避⁴⁰Ar³⁵Cl對⁷⁵As產生干擾，所以使用KED動能區隔模式來去除⁴⁰Ar³⁵Cl的干擾，而其他元素在此模式下也能保有不錯的感度，因此只需要使用一個模式就可以完成多種元素的分析。本實驗儀器參數設定如表一。

2. 人工汗液配置方法

取1000 ml燒杯先加入去離子水900 ml，再秤取表二中Step-1所含試劑加入燒杯中攪拌至完全溶解，再以0.1 mol/L NaOH調整pH值為5.5 ± 0.2，然後將燒杯中的溶液洗入1000 ml的定量瓶中並以去離水定量到1000 ml即為人工汗液。

表一、儀器參數設定

Parameter	Value
Instrument	Thermo iCAP-Qc
Forward power	1550 W
Mode	KED
Injector	Quartz 2.5 mm ID
Spray chamber	Quartz
Nebulizer	Quartz
Nebulizer gas flow (L/min)	1.00
Auxiliary gas flow (L/min)	0.8
Coolant gas flow (L/min)	14
CCT gas flow (ml/min)	4.23

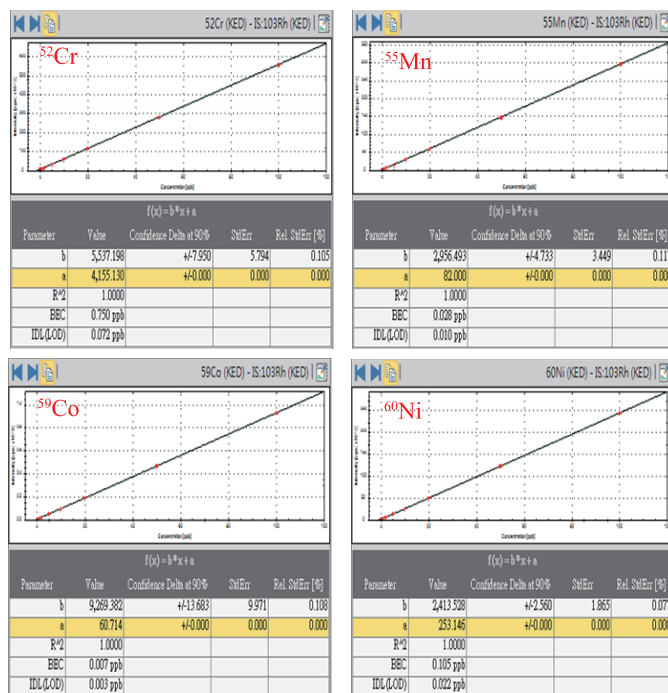
表二、人工汗液組成成分

	Reagent	Chemical Formular	Weight (g)
Step-1	L-histidine hydrochloride monohydrate	C ₆ H ₉ O ₂ N ₃ · HCl · H ₂ O	0.50
	sodium chloride	NaCl	5.00
	sodium dihydrogen orthophosphate dihydrate	NaH ₂ PO ₄ · 2H ₂ O	2.20
Step-2	0.1 mol/L Sodium hydroxide	NaOH	To pH 5.5 ± 0.2

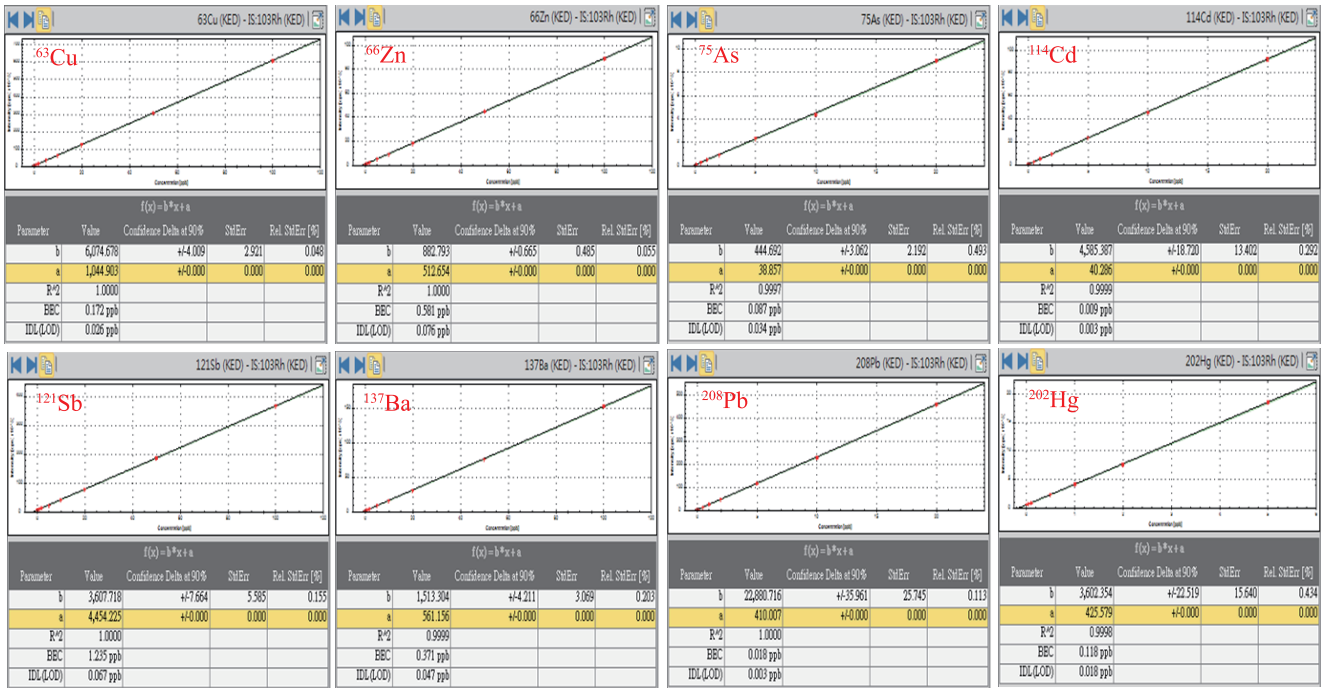
實驗數據及結果

1. 檢量線線性

檢量線配置時以上述的人工汗液為檢量線基質，加入Hg、Cd、As、Pb、Co、Ni、Cr、Sb、Cu、Ba、Mn和Zn標準品，配置成濃度為0、0.02、0.1、0.5、1、2、5、10、20、50&100 ppb的檢量線，當中Hg檢量線濃度僅配置到2 ppb。為了減少基質效應使用Rh當作內標修正，並使用KED模式去除干擾。檢量線線性皆大於0.999，各元素檢量線圖顯示於圖一。



圖一、檢量線圖



2. 方法偵測極限

本方法是以人工汗液直接上機分析，故以人工汗液重覆分析7次，計算其3倍之標準偏差所代表的濃度，即為此方法偵測極限(MDL)，並顯示人工汗液各元素的濃度結果如表三。

3. 人工汗液穩定性測試

透過和穩定性測試可以得知儀器的分析性能，本實驗以人工汗液添加1 ppb標準品重複分析15次計算RSD值表示分析的穩定性，結果顯示於表四。從結果中可得知人工汗液添加1 ppb標準品的RSD在3%以下，顯示分析人工汗液時儀器呈現良好的穩定性。

表三、各元素偵測極限值以及人工汗液溶液空白濃度

Element	MDL (ppb)	BEC (ppb)
²⁰² Hg	0.018	0.118
¹¹⁴ Cd	0.003	0.009
⁷⁵ As	0.034	0.087
²⁰⁸ Pb	0.003	0.018
⁵⁹ Co	0.003	0.007
⁶⁰ Ni	0.022	0.105
⁵² Cr	0.072	0.750
¹²¹ Sb	0.067	1.235
⁶³ Cu	0.026	0.172
¹³⁷ Ba	0.047	0.371
⁵⁵ Mn	0.010	0.028
⁶⁶ Zn	0.076	0.581

表四、人工汗液添加1 ppb的穩定性測試

Label	²⁰² Hg	¹¹⁴ Cd	⁷⁵ As	²⁰⁸ Pb	⁵⁹ Co	⁶⁰ Ni	⁵² Cr	¹²¹ Sb	⁶³ Cu	¹³⁷ Ba	⁵⁵ Mn	⁶⁶ Zn	¹⁰³ Rh (IS)
Spike-1	0.936	1.011	1.044	1.003	1.026	1.036	1.017	1.058	1.006	0.994	1.018	1.014	103.80%
Spike-2	0.939	1.008	1.09	0.999	1.039	1.027	1.040	1.032	1.020	1.015	1.032	1.036	103.60%
Spike-3	0.961	1.008	1.050	0.995	1.032	1.018	0.99	0.975	1.008	1.018	1.035	1.014	104.50%
Spike-4	0.977	1.028	1.065	1.019	1.033	1.015	0.997	1.047	1.018	1.027	1.006	1.024	104.10%
Spike-5	0.982	1.019	1.068	1.021	1.032	1.047	1.020	1.056	1.017	1.018	1.047	1.062	103.40%
Spike-6	0.959	1.034	1.076	0.989	1.049	1.030	1.012	1.071	1.005	1.021	1.041	1.03	104.60%
Spike-7	0.988	1.028	1.086	1.025	1.040	1.032	1.042	1.088	1.025	1.049	1.031	1.055	103.50%
Spike-8	0.968	1.041	1.054	1.001	1.042	1.075	1.010	1.081	1.003	1.027	1.009	1.028	104.60%
Spike-9	0.959	1.022	1.058	0.998	1.036	1.026	1.003	1.044	1.020	1.007	1.027	1.069	105.50%
Spike-10	0.964	1.037	1.083	1.001	1.033	1.044	0.997	1.080	1.035	1.041	1.029	1.089	105.10%
Spike-11	0.943	1.019	1.072	1.000	1.049	1.041	1.043	1.058	1.025	1.021	1.038	1.072	105.70%
Spike-12	0.921	1.034	1.059	0.974	1.040	1.061	0.994	1.057	1.000	1.044	1.030	1.081	106.60%
Spike-13	0.918	1.026	1.076	0.988	1.057	1.050	1.028	1.090	1.018	1.022	1.046	1.053	106.20%
Spike-14	0.922	1.019	1.074	0.986	1.033	1.057	1.033	1.066	1.025	1.028	1.048	1.095	106.00%
Spike-15	0.926	1.010	1.044	0.974	1.054	1.032	1.024	1.058	1.035	1.021	1.052	1.102	106.70%
RSD (%)	2.45	1.06	1.38	1.52	0.87	1.59	1.78	2.66	1.08	1.36	1.33	2.80	1.09

結語

本實驗配置之人工汗液為鹽類基質，以Thermo iCAP Qc ICP-MS分析重金屬成分，僅需要以KED模式去除干擾，便能得到相當低的偵測極限，並且在添加1 ppb標準品穩定性測試下也具有相當穩定的分析數值。然而從BEC的數值中可以測得較高的背景值，尤其是Sb有1.235 ppb的濃度，經測試後得知Sb的背景濃度是來自於sodium dihydrogen orthophosphate dihydrate的試劑中，因此若是能以高純度的試劑配置人工汗液，能有效地降低背景值。

Thermo Scientific iCAP Q ICP-MS

尿液的重金屬分析

應用工程師 張僑宏
Email: simon@joytech.com.tw



人體需要特定的營養元素來維持身體組織的健全，除了提供人體能量的碳水化合物之外，一些必須的微量元素如銅、錳、鐵、鈷、鋅和鉻等，在人體生化代謝上扮演相當重要的角色，僅需微量便可維持正常生理代謝，然而含量過高卻會危害到人體健康。此外，屬於有毒重金屬，如砷、鉛、鎘、汞、錳、鎳等，除了因短時間內接觸高濃度的重金屬引起急性中毒外，也可能因為長期暴露在此類有毒重金屬污染的環境下，而引起慢性中毒。很多工廠作業都會接觸到此類有毒重金屬，例如：半導體業會接觸鋁、銻、砷、碲、鉍等有毒重金屬，電鍍業會接觸銅、鋅、錳、鎳、鎘等。因此，對於平時有機會接觸這些毒性重金屬的工作人員，有必要定期檢查血液或尿液中此類有毒重金屬的含量，才可以預防甚至是提早治療可能發生的危害。

腎臟過濾了血液中的各種代謝物以尿液的形式排出體外，因此可藉由檢測尿液中的重金屬含量是否在正常的範圍內，來評估飲食或環境對人體的影響程度。檢測人體尿液需要依賴高靈敏度的感應耦合電漿質譜儀，可以將所有待測的元素一次分析完成，具有ppt等級的偵測極限，且能準確與快速的得知分析結果，才得以立即採取適當的措施。因此，以本實驗以Thermo Scientific iCAP Qc ICP-MS分析尿液的國際標準物質 (LyphochekR Urine Metals Control Levels 1)，檢測Al、As、Bi、Cd、Co、Cu、Hg、Mn、Pb、Sb&Zn等元素，建立尿液檢測的分析方法，並以此國際標準物質驗證分析方法的準確性。

儀器設定與實驗方法

1. 儀器設定

本實驗使用 Thermo Scientific iCAP Qc ICP-MS，利用1550W的高溫電漿，將所有元素游離成為離子，並利用KED動能區隔技術去除同質量干擾，再經由質譜儀解析，準確的偵測每個質量的訊號強度。本實驗使用的進樣系統以及儀器參數設定值如表一所示。

表一、儀器參數設定

Parameter	Value
Instrument	Thermo iCAP-Qc
Forward power	1550 W
Mode	KED
Injector	Quartz 2.5 mm ID
Spray chamber	Quartz
Nebulizer	Quartz
Nebulizer gas flow (L/min)	1.09
Auxiliary gas flow (L/min)	0.8
Coolant gas flow (L/min)	14
CCT gas flow (ml/min)	4.2

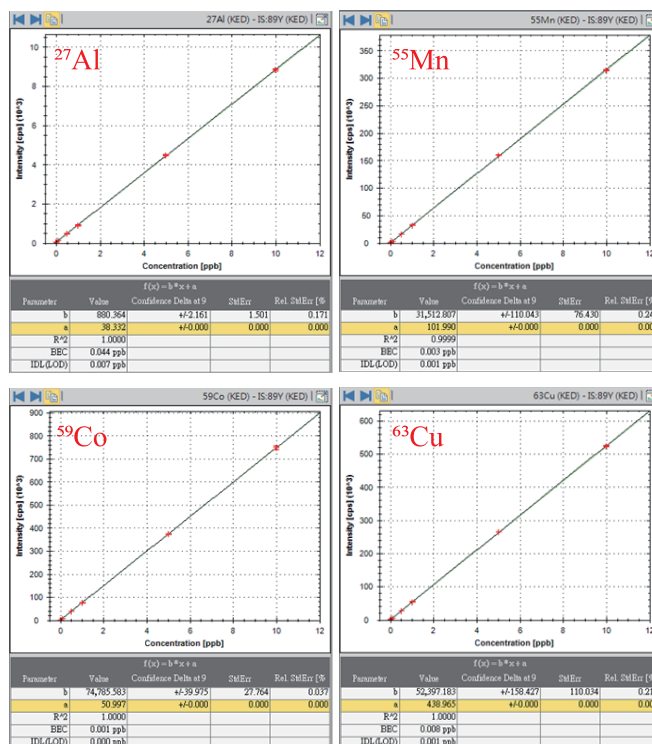
2. 樣品前處理方法

將本實驗使用的尿液標準品LyphochekR Urine Metals Control Levels 1以1% HNO₃稀釋100倍後上機分析。

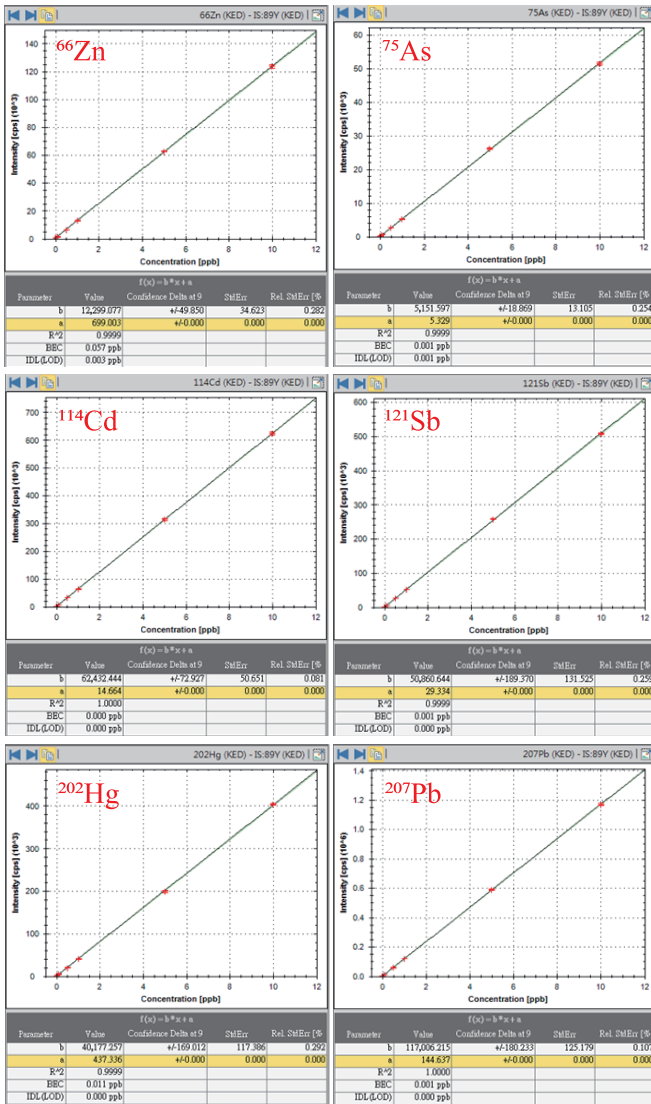
實驗數據及結果

1. 檢量線線性

本實驗在分析時加入Y做為內標，可有效的修正基質的影響，並且僅使用KED模式即可分析樣品中所有的待測元素。檢量線配置的濃度範圍為0、0.02、0.1、0.5、1、5&10 ppb，所得結果檢量線線性皆大於0.999，具有良好的線性，檢量線線性如圖一所示。



圖一、檢量線線性



3. 樣品實際濃度

表三為本次實驗所分析的尿液標準品中重金屬濃度的實測值，實測值均落在區間內，顯示此實驗方法的可信度。

表三、尿液標準品濃度範圍及實測值

Level 1 - 69161			
Element	Mean (ppb)	Range (ppb)	實測值 (ppb)
Al	21.8	17.5-26.2	25.0
As	56.7	45.4-68.0	62.4
Cd	8.89	7.11-10.7	8.40
Co	6.65	5.32-7.98	6.80
Cu	11.0	8.81-13.2	9.80
Hg	35.0	26.9-43.0	30.8
Mn	7.71	5.71-9.71	6.60
Pb	11.5	9.19-13.8	13.0
Sb	9.86	7.88-11.8	9.60
Zn	454	364-545	437

4. 樣品添加回收率

表四為在尿液標準品中添加1 ppb 標準品的回收率測試值，所有元素回收率皆介於90~110%之間，顯示儀器對尿液基質有良好的偵測性能。

表四、尿液標準品中添加1 ppb的回收率

Element	Level 1 69161 x100	Level 1 69161 x100+1 ppb	Recovery (%)
Al	0.521	1.616	109.5
As	1.676	2.777	110.1
Cd	0.170	1.132	96.2
Co	0.199	1.226	102.7
Cu	0.429	1.407	97.8
Hg	0.547	1.614	106.7
Mn	0.203	1.272	106.9
Pb	0.560	1.465	90.5
Sb	0.385	1.441	105.6
Zn	9.261	10.259	99.8

2. 偵測極限

以空白溶液重覆分析7次，計算其3倍之標準偏差的濃度，即為儀器偵測極限(IDL)。表二顯示儀器偵測極限與背景值。

表二、儀器偵測極限與背景值

Element	IDL (ppb)	BEC (ppb)
Al	0.007	0.044
As	0.001	0.001
Bi	0.000	0.001
Cd	0.000	0.000
Co	0.000	0.001
Cu	0.001	0.008
Hg	0.000	0.011
Mn	0.001	0.003
Pb	0.000	0.001
Sb	0.000	0.001
Zn	0.003	0.057

結語

有些元素在人體內的含量相當低，因此在取樣時就必須要避免汙染，以免誤判分析數據。就分析數據而言，使用感應耦合電漿質譜儀具有低偵測極限，可以偵測尿液中超微量元素的濃度，並且使用標準物質來驗證分析結果，顯示用此方法具有高度的準確度。對於尿液檢體僅須透過簡單的稀釋動作就可以上機分析，可以迅速且準確的提供分析數據，是檢測尿液重金屬不可或缺的分析儀器。

Thermo Scientific 7000 Series ICP-OES 中草藥的重金屬檢測

應用工程師 薛智遠 黃逸民
Email: rihosueh@joytech.com.tw
Email: thomashuang@joytech.com.tw



許多傳統中草藥已被證實具有治療疾病之療效而受到醫藥界矚目，需求量也日益增加，然而在無明確的品質管制下，一些服用後的副作用也不容忽視，例如肝毒性、藥材誤用、重金屬汙染及微生物感染等種種影響，因此制定中草藥安全標準成為當務之急。

中藥材中的重金屬會容易累積在體內難以被代謝出體外，因此連續微量的攝取下，累積在體內的劑量也可能會危害中樞神經與器官，導致中樞神經疾病(如阿茲海默症、帕金森氏症)，甚至有致癌的風險。我國制定中草藥容許限量比其他國家高，使得用藥安全暴露於高風險之中。

對於中藥材及中藥製劑重金屬限量標準，我國已公告桂皮、桂枝、肉桂、白芷、五加皮、杜仲及枇杷葉等7種中藥材之限量標準為鎘2 ppm以下、鉛30 ppm和汞2 ppm以下，還有一般性中藥(如：金銀花、甘草、黃耆、丹參、白芍)其最低限量銅20 ppm、汞0.2 ppm、砷2 ppm、鎘0.3 ppm和鉛5 ppm，本文以感應耦合電漿光譜儀分析中草藥的重金屬，檢視日常中的中草藥是否具有過量的重金屬含量。

儀器設定與實驗方法

1. 儀器設定

一般水樣分析建議使用K-type nebulizer，若分析總離子濃度高之樣品，也可選擇耐高鹽類之V-groove nebulizer或Aerosol salt nebulizer最高可耐離子濃度到20%以下的水樣溶液，可有效降低基質效應。本實驗的儀器設定條件與電漿條件顯示於表一。

2. 樣品前處理方法

本實驗以桔梗與梁外甘草為分析樣品，先將樣品乾燥粉碎後精秤0.500 g置於PFA消化瓶，加入10 ml濃硝酸靜置三十分鐘預先消化後再置入微波消化器中進行消化，並同時製備空白樣品(BK)。微波消化完成後待樣品冷卻，以超純水洗出定容至25 ml，以原液上機分析As、Pb、Cd和Hg，而以1%硝酸稀釋5倍測Cu。

表一、儀器參數設定

儀器條件	
蠕動幫浦	50 rpm
霧化器	K-type nebulizer
霧化器流量	0.5 L/min
霧化室	Cyclonic Spray Chamber
中心管	石英·2 mm 中心管
火炬	EMT torch
電漿條件	
RF 功率	1150 W
冷卻氣體流量	12 L/min
輔助氣體流量	0.5 L/min
重複次數	3

實驗數據及結果

1. 方法偵測極限與檢量線

本實驗以標準品As、Pb、Cd、Hg和Cu建立檢量線，濃度為0、5、10、20、50&100 ppb。儀器偵測極限(DL)乘上稀釋倍率50倍(Cu為250倍)即為方法偵測極限(MDL)，其數據列於表二，並列出線性回歸與中草藥限量濃度。

表二、方法偵測極限與線性迴歸

Element (nm)	線性迴歸 (R ²)	MDL (ppm)	中草藥限量 (ppm)
As (189.042)	0.9998	0.09	2
Cd (214.438)	0.9999	0.002	0.3
Hg (184.950)	0.9992	0.023	0.2
Pb (220.353)	0.9997	0.067	5
Cu (324.754)	0.9999	0.164	20

2. 樣品分析濃度

本實驗分析桔梗與梁外甘草兩種中草藥，樣品濃度中銅含量較高，稀釋5倍後濃度落在減量線範圍中。ICP-OES具有相當低的偵測極限，足以偵測出樣品中重金屬的濃度，樣品分析波長、儀器偵測極限、樣品和QC 20 ppb的濃度顯示於表三。



表三、樣品分析濃度(單位：ppb)

Element	As	Cd	Hg	Pb	Cu(x5)
波長 (nm)	189.042	214.438	184.950	220.353	324.754
DL	1.78	0.048	0.45	1.34	0.65
BK	<DL	<DL	<DL	<DL	3.65
桔梗-1	<DL	2.58	<DL	6.75	20.15
桔梗-2	<DL	3.10	<DL	6.61	19.65
梁外甘草-1	<DL	<DL	<DL	<DL	37.49
梁外甘草-2	<DL	<DL	<DL	<DL	59.29
QC 20 ppb	19.21	20.02	19.46	20.33	20.69

3. 樣品實際濃度

表四為樣品實際濃度以及我國中草藥重金屬的檢出限量。桔梗鎘含量為0.13~0.15 ppm，鉛含量為0.33~0.34 ppm，而銅為4.72~4.86 ppm，砷和鉛都小於MDL。而梁外甘草只有檢測出銅9.19~14.64 ppm，其他元素都小於MDL，分析結果皆在法定值內。

表四、樣品實際濃度與我國中草藥種金屬檢出限量(單位：ppm)

Element	As	Cd	Hg	Pb	Cu
MDL	0.09	0.002	0.023	0.067	0.164
桔梗-1	<MDL	0.13	<MDL	0.34	4.86
桔梗-2	<MDL	0.15	<MDL	0.33	4.72
梁外甘草-1	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	9.19
梁外甘草-2	<MDL	<MDL	<MDL	<MDL	14.64
檢出限量	3	0.5	0.5	10	20

4. 樣品添加回收率

樣品分析時需做回收率測定，以確認分析結果之加成性。本實驗以梁外甘草消化液添加20 ppb的砷、鉛、鎘、汞以及40 ppb的銅進行樣品添加回收率測試，其分析結果列於表五。從表中可得知各元素回收率介於95~100%以內，顯示此分析方法具有實驗加成性。

表五、樣品回收率測試(單位：ppb)

Element	As	Cd	Hg	Pb	Cu
梁外甘草-1	<DL	<DL	<DL	<DL	59.29
梁外甘草-2 (+20 ppb)	20.95	20.12	19.1	22.08	98.97 (+40 ppb)
Recovery (%)	98.26	100	96.13	98.82	99.2

結語

由於重金屬危害人體的風險甚大，所以法規規範中草藥重金屬檢出限量日益降低，依我國規定中草藥限量以感應耦合電漿光譜儀即可達到分析標準，其方法偵測極限也低於規定值十倍以上，顯示儀器具有良好的偵測範圍，以減少分析上的模糊地帶。

本次實驗方法可應用至其他中藥材，經由回收率的檢測，此方法證實有良好的加成性，也可做為中草藥準確性分析上的依據。基於重金屬具有累積性，須長期且大量的攝入才會對健康有較大的危害，因此建議消費者在選購或食用中草藥需有標示檢驗重金屬等其他檢測報告，以防止將過多重金屬食入喪失其中草藥保養身體或治療疾病功能，反而因副作用而傷身。

Thermo Scientific iCAP 7000 Series特性介紹



1. Thermo ICP-OES 具有世界上最小光室的設計，在分析167~200 nm元素波長有良好儀器感度及最低之偵測極限。
2. 快拆設計的進樣系統，組裝與拆卸可在2分鐘內完成，不會有清潔與安裝上的不便利性。
3. 多樣化的進樣系統，不論分析水樣、油樣或溶於HF樣品可依客戶選擇搭配，達到分析上的需求，也增加耗材使用壽命有效減少成本消耗。

真假"醬油"-市售醬油品質鑑定

醬油在華人市場中是不可缺少的調味料，不管任何美食都少不了這一"味"。醬油的製造方法有分為釀造法、化學法或混合法，而以釀造法製造出來的醬油最具風味，化學法的成本與耗費時間最低。我國醬油的等級以含氮量多寡作為品質差異的指標，甲級品每100 ml含1.4克，乙級品1.1克，丙級品0.8克。

下一期期刊中，以Thermo Scientific Flash 2000元素分析儀與iCAP 7000 series感應耦合電漿發射光譜儀分析醬油中的氮與重金屬含量(Cu、Pb、As、Cd、Hg)，檢定一般市售醬油等級是否符合標示，並且讓我們了解醬油在食用上的安全性。

系金ㄟ? 天然米酒標識真與假!?

近來國人越來越重視食品安全，除了日前爆發三聚氰胺、塑化劑等非法添加的化學原料可能造成人體健康的嚴重危害以外，包裝內含的產品原料與標示不符的事件也時有所聞，如何為民眾食的安全把關便成了重要的議題。

去年底由媒體批露不肖業者以食用酒精與香精等原料調出「不含米的米酒」及「純化學水果的調和酒」等事件再再突顯了能有效分辨產品真偽的分析檢測方法的重要性。Thermo Scientific Flash 2000 HT Plus 元素分析儀串連 Delta V 同位素質譜儀提供了快速且穩定的自動化穩定同位素分析能力，我們將在下一期期刊中探討如何藉由分析產品中穩定碳同位素比值來推算其中真偽原料的混合比例，以供食品業界作為產品品質把關參考之用。



在這個世界中，每年都有新的產品在改變著眼前的思維，讓我們可以擁有更便利、迅速又人性的產品，這些都是科技所帶給人的成果，我們能夠擁有如此的生活，就需要不斷的創新、進步。但即使最尖端科技的戰鬥機，還是需要高超技巧的飛行員，才能將它的性能發揮到淋漓盡致；在微量分析的這條路上，也是需要學有專精又瞭解您需求的工程師，才能協助您做出業界數一數二的數據。

樂盟科技擁有最高科技的Thermo Scientific產品代理，再加上專業又認真的服務團隊，協助超過三百個客戶穩定成長。這些成就不單單是客戶的成功，樂盟團隊的所有同仁也都與有榮焉。在協助客戶成功的過程中，樂盟秉持著不斷成長的信念，一直是客戶最好的靠山。

一年一度的無機分析研討會，在三天的研討會中，Thermo Scientific的Dr. Shona McSheehy Ducos將為大家介紹目前最新的分析設備，讓您緊握高科技產品在業界的發展趨勢。同時也邀請立德國際的孫博士，將以親身使用Thermo Scientific ICP-MS的經驗和大家分享。樂盟的應用工程師，也會將這一年使用Thermo機台建立的分析數據與經驗和各位一同分享。希望您能空出時間、放鬆心情，讓我們一同享受樂盟為您準備的盛宴。

近期活動預告

研討會名稱	日期	地點	主辦單位
無機分析研討會	9月16日(二)	台北場-集思台大會議中心-蘇格拉底廳	樂盟科技
	9月17日(三)	台中場-麗加園邸酒店-麗豪廳	
	9月18日(四)	高雄場-高雄商旅會議中心-六合廳	
103年食品衛生檢驗科技研討會	9月23日(二)	台北市劍潭青年活動中心	衛生福利部
	9月24日(三)		食品藥物管理署
中國化學年會	(預計於11.12月舉辦)		中國化學年會

Thermo Scientific FLASH 2000 Nitrogen/Protein Analyzer using Argon as Carrier Gas: Stability, Linearity, Repeatability and Accuracy

Key Words

Accuracy, argon, combustion, linearity, nitrogen, repeatability

Introduction

Elemental analyzers with a thermal conductivity detector (TCD) for nitrogen determination typically use a helium carrier gas which has optimum sensitivity. However, since the supply of helium over the last few years has been beset with problems, namely world-wide shortages and subsequent price increases, it has been necessary to test an alternative gas, argon, which is readily available and more cost effective.

The Thermo Scientific™ FLASH 2000 analyzer, based on the dynamic flash combustion of the sample, copes effortlessly with the wide array of laboratory requirements such as accuracy, day to day reproducibility and stability. The instrument was tested with argon as an alternative carrier gas to helium using the same Thermo Scientific™ Eager Xperience OEA (Organic Elemental Analysis) dedicated data handling software for the quantification of the nitrogen content.

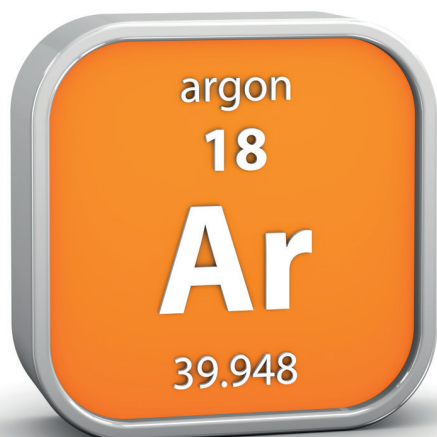
This technical note presents data on nitrogen determination of pure organic compounds in a large range of concentrations in order to demonstrate the performance of the instrument using argon gas in terms of stability, linearity, accuracy and repeatability.



Methods

Samples are weighed in tin capsules and introduced into the combustion reactor via the Thermo Scientific™ MAS™ 200R autosampler together with the proper amount of oxygen. After combustion, the resultant gases are carried by an argon flow to a second reactor filled with copper, then swept through CO₂ and H₂O traps, a GC column and finally detected by a thermal conductivity detector (TCD). The analytical configuration as well as the TCD detector are as the same as those used with helium as the carrier gas (see Figure 1).

A complete report is automatically generated by the Eager Xperience data handling software and displayed at the end of the analysis. The Eager Xperience software provides a new option AGO (Argon Gas Option) which allows the modification of the argon carrier flow during the run to optimize the analysis.



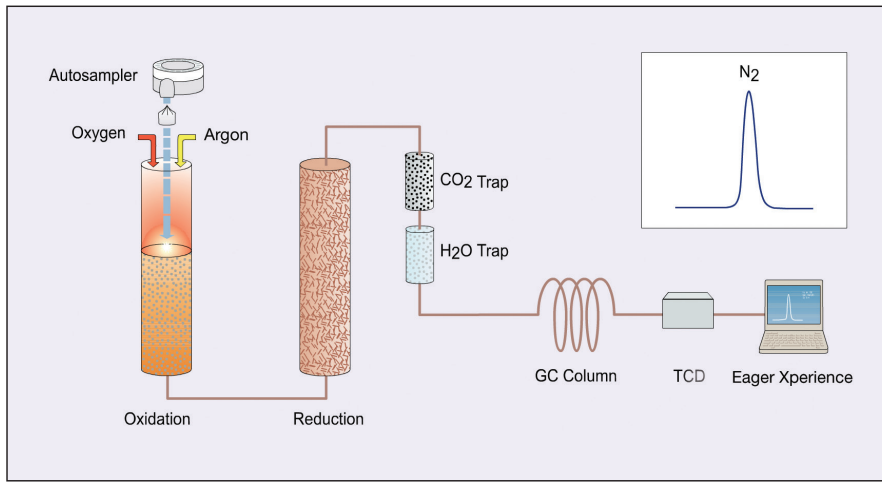


Figure 1 – FLASH 2000 Nitrogen configuration

Table 1 – Sequence of one working day

Analytical conditions	
Combustion Furnace Temperature:	950 °C
Reduction Furnace Temperature:	840 °C
Oven Temperature:	50 °C (GC column)
Argon Carrier Flow:	60 ml/min
Argon Reference Flow:	60 ml/min
Oxygen Flow:	300 ml/min
Oxygen Injection End:	30 sec
Sample Delay:	10 sec
Run Time:	10 min

Results

The stability of the system was evaluated analyzing aspartic acid (10.52 %N) as standard to calibrate the instrument, using K factor as calibration method and as unknown to assess the accuracy and repeatability of the data obtained. Two tests were performed to demonstrate stability, accuracy and repeatability: one sequence in a working day and a sequence of 10 days (day-by-day repeatability).

Table 1 shows the sequence of analysis of approximately 60 mg of aspartic acid (10.52 %N) in one working day analyzed as standard (STD) and as unknown (UNK). The average 10.50 N % and RSD % 0.55 indicates that the values obtained are comparable with the theoretical data and the repeatability is more than acceptable.

No.	Inj Time	Type	Weight (mg)	N %
1	10:36	STD	60.465	10.52
2	10:50	STD	60.253	10.52
3	11:03	STD	60.387	10.52
4	11:16	UNK	60.320	10.58
5	11:30	UNK	60.310	10.56
6	11:57	UNK	60.283	10.62
7	12:11	UNK	60.216	10.59
8	12:38	UNK	60.262	10.63
9	12:51	UNK	60.236	10.53
10	13:04	UNK	60.349	10.54
11	13:18	UNK	60.369	10.54
12	13:31	UNK	60.292	10.51
13	13:45	UNK	60.361	10.48
14	13:58	UNK	60.382	10.51
15	14:11	UNK	60.356	10.48
16	14:25	UNK	60.257	10.47
17	14:38	UNK	60.367	10.59
18	14:52	UNK	60.326	10.44
19	15:05	UNK	60.213	10.46
20	15:19	UNK	60.397	10.42
21	15:32	UNK	60.377	10.48
22	15:45	UNK	60.340	10.49
23	15:59	UNK	60.299	10.43
24	16:12	UNK	60.357	10.46
25	16:26	UNK	60.410	10.49
26	16:39	UNK	60.280	10.47
27	16:52	UNK	60.392	10.50
28	17:06	UNK	60.010	10.42
29	17:19	UNK	60.368	10.45
30	17:33	UNK	60.230	10.45
31	17:46	UNK	60.347	10.42
32	17:59	UNK	60.367	10.46
33	18:13	UNK	60.373	10.50
34	18:26	UNK	60.294	10.47
35	18:40	UNK	60.247	10.51

Sample name	Inj Date	Inj Time	Type	Weight (mg)	N %
Aspartic acid	10/05/2013	11:10	STD	56.703	10.52
Aspartic acid	10/05/2013	11:23	STD	54.489	10.52
Aspartic acid	10/05/2013	12:57	UNK	54.215	10.59
Aspartic acid	10/05/2013	15:32	UNK	56.294	10.47
Aspartic acid – new reduction reactor	14/05/2013	12:24	UNK	55.892	10.59
Aspartic acid	14/05/2013	12:38	UNK	63.466	10.63
Aspartic acid	14/05/2013	12:51	UNK	59.012	10.61
Aspartic acid	14/05/2013	13:04	UNK	58.779	10.62
Aspartic acid	14/05/2013	14:05	UNK	56.278	10.57
Aspartic acid	14/05/2013	16:06	UNK	56.350	10.51
Aspartic acid	15/05/2013	08:35	UNK	60.069	10.50
Aspartic acid	15/05/2013	08:49	UNK	62.374	10.55
Aspartic acid – ash removal	16/05/2013	10:01	UNK	68.577	10.56
Aspartic acid	16/05/2013	10:15	UNK	57.017	10.50
Aspartic acid	17/05/2013	09:25	UNK	54.060	10.45
Aspartic acid	17/05/2013	09:38	UNK	61.287	10.58
Aspartic acid	20/05/2013	08:38	UNK	59.806	10.60
Aspartic acid	20/05/2013	08:52	UNK	52.063	10.59

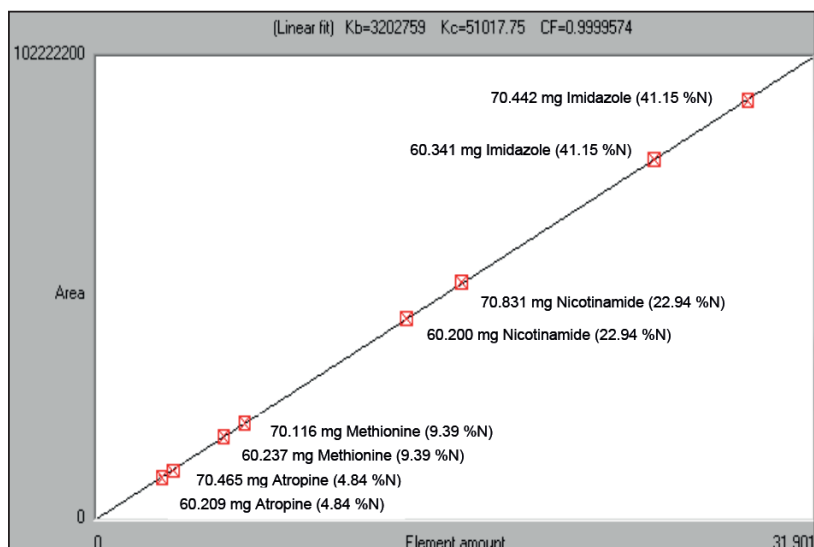


Figure 2 – Calibration curve – Linear Fit

To evaluate the linearity of the system, pure organic compounds with different nitrogen concentrations were chosen. Instrument calibration was performed with Atropine (4.84 %N), Methionine (9.39 %N), Nicotinamide (22.94 %N) and Imidazole (41.15 %N) standards (STD) using Linear Fit as the calibration method. Pure organic standards in a large range of nitrogen concentration (from 4.84 to 46.65 %N) were selected and analyzed as unknown (UNK). The weight of sample was 60 – 70 mg and all STD and UNK were analyzed in duplicate.

Table 2 shows the accuracy and repeatability of the data obtained for aspartic acid in a sequence of 10 days (day-by-day repeatability). The weight of standard was approximately 50 – 60 mg and the system was calibrated using the K factor. During this period, instrument maintenance was performed, changing the reduction reactor and cleaning the ashes from the crucible. The data obtained are according to the technical specification demonstrating the stability of the system. No influence in the results was observed after the maintenance was carried out.

Table 3 – Sequence of standards for the Linear Fit calibration

Sample name	File name	Inj. Time	Type	W (mg)	Theor. N %	Range (±)
Atropine	LinearFitN003	15:23	STD	60.209	4.84	0.07
Atropine	LinearFitN004	15:36	STD	70.465	4.84	0.07
Methionine	LinearFitN005	15:49	STD	60.237	9.39	0.10
Methionine	LinearFitN006	16:02	STD	70.116	9.39	0.10
Nicotinamide	LinearFitN007	16:16	STD	60.200	22.94	0.22
Nicotinamide	LinearFitN008	16:29	STD	70.831	22.94	0.22
Imidazole	LinearFitN009	16:42	STD	60.341	41.15	0.30
Imidazole	LinearFitN010	16:56	STD	70.442	41.15	0.30

Table 4 – Correlation of Nitrogen values

Sample name	Theoretical N %	Accepted Range (±)	Experimental N %
Atropine	4.84	0.07	4.78
Methionine	9.39	0.10	9.36
Nicotinamide	22.94	0.22	22.85
Imidazole	41.15	0.30	40.95
Acetanilide	10.36	0.10	10.40
Aspartic acid	10.52	0.10	10.61
BBOT*	6.51	0.10	6.42
CEDFNI**	20.14	0.20	20.33
Sulfanilamide	16.27	0.16	16.18
EDTA***	9.59	0.10	9.59
Urea	46.65	0.30	46.69

*BBOT: 2,5-Bis (5-tert-butyl-benzoxazol-2-yl) thiophene

**CEDFNI: cyclohexanone 2,4-dinitrophenylhydrazone

***EDTA: EthyleneDiamineTetraAcetic acid

Table 3 shows the sequence of analyses for the calibration of the instrument including theoretical nitrogen values. Figure 2 shows the calibration curve and the relative correlation factor. Table 4 shows the relationship between the theoretical nitrogen percentages of the pure organic standards analyzed as unknown, the accepted range according to the technical specification of the system and the average of the experimental N % obtained. All data are acceptable and no memory effect was observed when changing the sample.

Conclusions

Good repeatability, accuracy and precision was obtained with the FLASH 2000 nitrogen analyzer using argon as the carrier gas.

No memory effect was observed when changing the type of sample, indicating complete combustion and detection of the element.

www.thermoscientific.com

©2014 Thermo Fisher Scientific Inc. All rights reserved. ISO is a trademark of the International Standards Organization. All other trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific and its subsidiaries. This information is presented as an example of the capabilities of Thermo Fisher Scientific products. It is not intended to encourage use of these products in any manner that might infringe the intellectual property rights of others. Specifications, terms and pricing are subject to change. Not all products are available in all countries. Please consult your local sales representative for details.

COMPANY WITH QUALITY MANAGEMENT
SYSTEM CERTIFIED BY DNV
= ISO 9001:2008 =

Thermo Fisher Scientific S.p.A. Milan, Italy
is ISO 9001:2008 Certified.

Africa +43 1 333 50 34 0

Australia +61 3 9757 4300

Austria +43 810 282 206

Belgium +32 53 73 42 41

Canada +1 800 530 8447

China 800 810 5118 (free call domestic)
400 650 5118

Denmark +45 70 23 62 60

Europe-Other +43 1 333 50 34 0

Finland +358 9 3291 0200

France +33 1 60 92 48 00

Germany +49 6103 408 1014

India +91 22 6742 9494

Italy +39 02 950 591

Japan +81 45 453 9100

Latin America +1 561 688 8700

Middle East +43 1 333 50 34 0

Netherlands +31 76 579 55 55

New Zealand +64 9 980 6700

Norway +46 8 556 468 00

Russia/CIS +43 1 333 50 34 0

Singapore +65 6289 1190

Spain +34 914 845 965

Sweden +46 8 556 468 00

Switzerland +41 61 716 77 00

UK +44 1442 233555

USA +1 800 532 4752

Thermo
SCIENTIFIC

Part of Thermo Fisher Scientific