



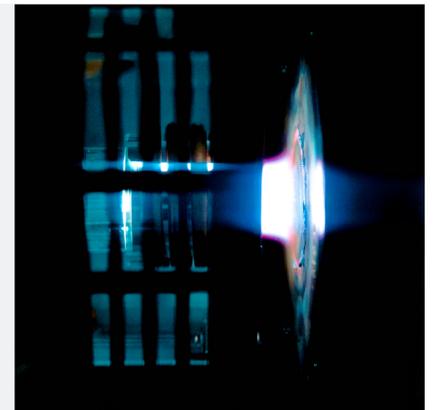
Bestimmung von As, Cd, Co, Cr, Cu, Mn, Mo, Ni, Pb, Se, Tl, U und Zn in Lebensmitteln mit der ICP-MS

Arbeitsgruppe der Lebensmittelchemischen Gesellschaft, Fachgruppe in der GDCh
K. Schöberl - Karlsruhe, L. Viehweger - Halle, N. Prühs - Mettmann, P. Fecher - Wiesental

Zielsetzung: Für charakteristische Matrixbestandteile in Lebensmitteln (Na, K, Ca, Mg, P, S, Cl, C) wurden die Störungen bei verschiedenen Isotopen an ICP-MS-Systemen mit unterschiedlichen Korrekturverfahren gemessen und dabei auch interne Standards überprüft.

Das Poster zeigt die von der Arbeitsgruppe identifizierten polyatomaren Störungen durch Matrixbestandteile.

Ergebnis: Um mit der ICP-MS richtige Ergebnisse zu erzielen, müssen Molekülionen mit Hilfe von Korrekturverfahren beseitigt werden. Abhängig von der zu messenden Elementkonzentration ist die Intensität einer Störung unterschiedlich relevant. Die Korrekturverfahren müssen so eingestellt und optimiert werden (z.B. Gasart, Gasfluss, Potentialhöhe), dass die Störung möglichst vollständig beseitigt wird.



Bei vielen Isotopen wurden zum Teil **signifikante** Störungen beobachtet:

⁵²Cr, ⁵³Cr, ⁵⁵Mn, ⁵⁹Co, ⁶²Ni, ⁶³Cu, ⁶⁵Cu, ⁶⁶Zn, ⁶⁸Zn, ⁷⁵As, ⁷⁷Se, ⁷⁸Se, ⁸⁰Se, ⁸²Se, ⁹⁵Mo, ⁹⁸Mo, ¹¹¹Cd, ¹¹²Cd, ¹¹⁴Cd, ²⁰³Tl, ²⁰⁵Tl, ²⁰⁶Pb, ²⁰⁷Pb, ²⁰⁸Pb, ²³⁸U

- Bei ⁵²Cr, ⁵³Cr, ⁷⁵As, ⁷⁷Se, ⁷⁸Se, ⁸⁰Se treten generell Störungen auf, z.B.:
 $^{40}\text{Ar}^{12}\text{C}$, $^{40}\text{Ca}^{12}\text{C}$, $^{35}\text{Cl}^{16}\text{OH} \Rightarrow ^{52}\text{Cr}$ $^{40}\text{Ar}^{35}\text{Cl}$, $^{43}\text{Ca}^{16}\text{O}_2 \Rightarrow ^{75}\text{As}$ $^{40}\text{Ar}^{38}\text{Ar}$, $^{38}\text{Ar}^{40}\text{Ca}$, $^{65}\text{Cu}^{13}\text{C} \Rightarrow ^{78}\text{Se}$
- ⁵⁹Co ist bei hohen Ca-Gehalten gestört ($^{43}\text{Ca}^{16}\text{O}$, $^{42}\text{Ca}^{16}\text{OH}$) und muss korrigiert werden.
- Die Cadmium-Isotope 111, 112, 114 sind bei viel Zinn in der Matrix und Anwesenheit von Molybdän gestört: ^{112}Sn , ^{114}Sn , $^{95}\text{Mo}^{16}\text{O}$, $^{96}\text{Mo}^{16}\text{O}$, $^{98}\text{Mo}^{16}\text{O}$
- ⁵⁵Mn, ⁶⁰Ni, ⁶²Ni, ⁶³Cu, ⁶⁵Cu, ⁶⁶Zn, ⁶⁸Zn, ⁹⁵Mo, ⁹⁸Mo sind weitgehend störungsfrei. Je nach Konzentrationsbereich, Matrixzusammensetzung oder Geräteparametern müssen auch hier Korrekturen durchgeführt werden: $^{37}\text{Cl}^{18}\text{O} \Rightarrow ^{55}\text{Mn}$ $^{40}\text{Ar}^{23}\text{Na} \Rightarrow ^{63}\text{Cu}$
- Auch bei Elementen mit hohen Massen können Störungen auftreten:
^{203/205}Tl durch $^{187}\text{Re}^{16}\text{O}$ oder Pt-Lochblenden ($^{192}\text{Pt}^{13}\text{C}$)
²⁰⁶Pb durch Pt-Lochblenden ($^{194}\text{Pt}^{12}\text{C}$)
²³⁸U wird bei viel Quecksilber durch $^{202}\text{Hg}^{36}\text{Ar}$ gestört.
- Die Isotope ⁵⁸Ni und ⁶⁴Zn können wegen isobarer Überlagerung durch ⁵⁸Fe und ⁶⁴Ni nicht verwendet werden.
- Für ⁸²Se erhält man in einer Lebensmittel-Matrix immer Überbefunde, gleichgültig welche Korrekturarten angewendet werden. Dieses Isotop wird nicht empfohlen.

Auch bei internen Standards wurden **signifikante** Störungen ermittelt:

⁴⁵Sc, ⁷⁴Ge, ⁸⁹Y, ¹⁰³Rh, ¹¹⁵In, ¹⁷⁵Lu, ¹⁸⁷Re

- Interne Standards mit Masse < 100 führen zu nicht kontrollierbaren Störungen:
 $^{45}\text{Sc} \leftarrow ^{39}\text{KO}$, $^{13}\text{C}^{16}\text{O}_2$, $^{14}\text{N}^{15}\text{N}^{16}\text{O}$ $^{74}\text{Ge} \leftarrow ^{37}\text{Cl}_2$, $^{40}\text{Ar}^{34}\text{S}$ $^{89}\text{Y} \leftarrow ^{58}\text{Fe}^{31}\text{P}$, $^{55}\text{Mn}^{34}\text{S}$, $^{54}\text{Fe}^{35}\text{Cl}$
- Rh-Konzentrationen über 100 µg/l können Störungen auf ²⁰⁶Pb hervorrufen ($^{103}\text{Rh}_2^+$).
- ¹¹⁵In kann bei viel Sn oder Ca in der Lösung nicht verwendet werden (^{115}Sn , $^{40}\text{Ca}^{43}\text{Ca}^{16}\text{O}_2$).
- Im hohen Massenbereich kann ¹⁷⁵Lu von $^{135}\text{Ba}^{40}\text{Ar}$ und ¹⁸⁷Re von ^{187}Os überlagert sein.

Korrekturverfahren

Zellentechnik

Sie wird speziell bei Quadrupolssystemen verwendet. Ein Zusatz von He als Zellgas führt zur Kollision mit Molekülionen, deren Spaltung in kleinere Ionen und einer Verringerung der Ionengeschwindigkeit (Kollisionszelle).

Reaktivere Gase (H₂, NH₃) reagieren mit Molekülionen oder deren Bruchstücken und beseitigen so die unerwünschte Masse (Reaktionszelle).

Wichtig ist es, die Menge an Gas zu optimieren und eine Potentialbarriere anzulegen, damit langsame Ionen nicht in den Analysator gelangen.

Triple-Quad Systeme

Hier wird ebenfalls eine Reaktionszelle mit Zusatzgasen verwendet. Die Reaktionsprodukte werden aber in einem zweiten Quadrupol abgetrennt, bevor die Trennung im Analysator-Quadrupol erfolgt. Damit wird eine höhere Selektivität in der Bestimmung erreicht. Die physikalische Auflösung ist identisch mit Quadrupol-systemen.

Hochauflösung

Neben der niedrigen Auflösung von 300, wie bei Quadrupol-systemen, stehen hier auch 4000 und 10.000 (Hochauflösung) zur Verfügung.

Damit lassen sich störende Molekülionen physikalisch abtrennen. Einige Störungen erfordern aber Auflösungen >>10.000, was bei ICP-Systemen technisch nicht möglich ist.

Korrekturgleichung

Sie ist nur für grobe Anwendungen geeignet und für niedrige Konzentrationen unbrauchbar.