NOTA DE APLICACIÓN

Maximización del rendimiento del laboratorio: Análisis robusto y preciso de trazas de metales en muestras de alimentos con ICP-MS de triple cuadrupolo

Autores: Tomoko Vincent; Thermo Fisher Scientific

Palabras clave: Foodanalysis, heavymetals, high sample throughput, nutritious elements, robustness, TQ-ICP-MS

Objetivo

Demostrar la idoneidad del Thermo Scientific[™] iCAP[™] TQe ICP-MS utilizando un modo de medición único para el análisis de elemento traza en una variedad de muestras de alimentos.

Introducción

La medición de sustancias potencialmente nocivas en los alimentos se ha convertido en los últimos años en un tema de gran interés público. El uso abundante de pesticidas / fertilizantes en productos agrícolas y los problemas de salud relacionados han llevado a los clientes a buscar alternativas orgánicas. Además de las moléculas discretas, los metales tóxicos también pueden imponer un riesgo significativo de exposición a través de los alimentos, como la posible alta concentración de arsénico en, por ejemplo, el arroz y productos relacionados¹. Los organismos reguladores internacionales, junto con la Organización para la



Agricultura y la Alimentación y la Organización Mundial de la Salud, son responsables de desarrollar métodos de prueba estándar para el análisis de muestras de alimentos. Junto con este cumplimiento normativo, es importante monitorear los contaminantes tóxicos que potencialmente podrían ingresar a la cadena de suministro de alimentos a través de una serie de vías, como la contaminación ambiental, la contaminación industrial, durante el procesamiento de alimentos y el fraude alimentario. El envasado de alimentos también puede contribuir a la cantidad de metales tóxicos que se encuentran en los productos alimenticios².





Plasma acoplado inductivamente - La espectrometría de masas (ICP-MS) es una técnica poderosa para el análisis de elemento traza, ya que permite una determinación simultánea de elementos tanto tóxicos como nutricionales en un solo análisis. Su extraordinaria sensibilidad de detección combinada con un rango dinámico lineal de hasta 10 órdenes de magnitud (para un solo isótopo) permite la determinación de metales tóxicos, presentes en concentraciones de trazas, así como componentes principales, presentes en concentraciones tan altas como varios cientos de ppm a la vez.

Se requiere la alta sensibilidad de ICP-MS para el análisis dirigido en muestras de alimentos con los límites de detección requeridos cada vez más bajos, a medida que se adquiere más conocimiento en la investigación de seguridad alimentaria. Uno de los principales retos del análisis de ICP-MS para muestras de alimentos es la posibilidad de resultados sesgados por interferencias, así como los efectos adversos en el sistema de introducción de la muestra causados por la matriz de la muestra, por ejemplo, la obstrucción del nebulizador o la deriva instrumental.

El análisis de las muestras de alimentos se suele llevar a cabo en laboratorios que trabajan en condiciones de alto rendimiento, de modo que un tiempo corto entre muestras con resultados coherentes de control de calidad, así como la solidez para hacer frente a una variedad de diferentes matrices de muestras es fundamental para lograr un alto número de muestras ejecutadas por día. Esta nota de aplicación describe un método optimizado para el análisis de diferentes tipos de muestras de alimentos, tanto orgánicos como no orgánicos. Para realizar una validación básica del método, se analizaron diferentes materiales de referencia certificados (hojas de manzano, hígado de bovino, harina de arroz y leche en polvo). Para facilitar un tiempo de análisis corto con la eliminación total de la interferencia, se hizo funcionar un iCAP TQe ICP-MS utilizando un modo de medición único (TQ-O2) para filtrar todo el rango de masa (litio a uranio).

Experimental

Optimización experimental de los parámetros del instrumento

Se utilizó un iCAP TQe ICP-MS para todas las mediciones. El sistema de introducción de muestras constaba de una cámara de pulverización ciclónica con deflectores refrigerada por Peltier (2,7 ° C), un nebulizador de PFA y un soplete de cuarzo con un inyector de cuarzo extraíble de 2,5 mm de diámetro interior. Para la automatización del proceso de introducción de muestras, se utilizó un muestreador automático Teledyne CETAC ASX-560 (Omaha, NE, EE. UU.). Para eliminar todas las interferencias que pudieran ocurrir, el ICP-MS se hizo funcionar en modo TQ-O₂ utilizando los parámetros presentados en la Tabla 1. En resumen, el modo TQ-O₂ elimina las interferencias espectrales de la siguiente manera:

Tabla 1. Configuración del instrumento y parámetros operativos

Parámetro	Valor
Nebulizador	Vidrio de borosilicato micromist, 400 µL·min-1, bombeado a 40 rpm
Tubo de bomba	Anaranjado - verde, 0.38 mm de diámetro in.
Cámara de pulverización	Ciclónica de cuarzo, enfriada a 2,7 $^\circ \mathrm{C}$
Inyector	2.5 mm de diámetro interno, cuarzo
Interfaz	Muestreador de níquel y cono skimmer de níquel con inserto robusto
Potencia de plasma	1,550 W
Gas nebulizador	1.08 L∙min ⁻¹
Configuración de QCell	TQ-02
Flujo de Gas	100% O ₂ , 0.34 mL∙min ⁻¹
Sesgo CR	-6.3 V
Sesgo Q3	-12 V
Configuración de escaneo	Tiempo de permanencia de 0,2 segundos para P, S, As y Se, tiempo de permanencia de 0,05 segundos para otros, 5 barridos, 3 ejecuciones principales
Ajuste de la lente	Optimizado mediante autoajuste
Toma de muestra	55 segundos
Tiempo de lavado	45 segundos
Tiempo total de análisis	2 min 57 segundos

La celda de reacción de colisión (CRC) se presuriza con oxígeno como gas de reacción. Para todos los analitos, Q1 se establece en la masa del analito (M⁺), mientras que Q3 se establece en la misma masa (para elementos no reactivos o con baja reactividad hacia el oxígeno), o MO⁺ o incluso MO₂⁺ (para analitos reactivos al oxígeno).

Basándose en la filtración de masa en el primer cuadrupolo, se suprimen las posibles reacciones secundarias de otros elementos, y se eliminan otros elementos, que potencialmente ocupan la masa de iones del producto previsto de MO⁺. Este modo permite eliminar por completo la interferencia y mejorar la sensibilidad de detección de analitos clave. Con respecto a la exactitud, algunas muestras de alimentos pueden contener niveles de trazas de elementos de tierras raras (REE) que surgen del suelo en el que se ha cultivado la planta. En el ICP, los REEs generan una proporción de iones doblemente cargados (como Nd²⁺ y Gd²⁺) que luego interfieren en el arsénico y el selenio respectivamente, causando un sesgo positivo en los resultados. El principio de cómo el iCAP TQe ICP-MS elimina estas interferencias se destaca en la Figura 1.



Figura 1. Esquema que muestra los modos de desplazamiento de masa TQ para el arsénico

Aunque para algunos elementos, otros modos, como la discriminación de la energía cinética, podrían proporcionar una eliminación de la interferencia al menos equivalente y, en algunos casos, también límites de detección ligeramente mejorados, se prefirió la ventaja de utilizar un solo modo para todos los elementos a fin de reducir el tiempo de análisis por muestra omitiendo un ciclo de conmutación de gases en el CRC. Especialmente cuando se utilizan sistemas basados en válvulas para el muestreo discreto, un ahorro de tiempo de 10 segundos (correspondiente a un ciclo típico de lavado/llenado en un CRC) compensa una cantidad significativa del tiempo de cambio por muestra.

Adquisición y procesamiento de datos

Todos los parámetros en los modos de medición se definieron automáticamente mediante los procedimientos de autoajuste proporcionados en el software Thermo Scientific ™ Qtegra ™ Intelligent Scientífic Data Solution ™ (ISDS).

El muestreador automático se controló mediante el software Qtegra ISDS, así como mediante un complemento de software dedicado. En total, se examinaron 37 elementos, incluidos los estándares internos.

El control de calidad es fundamental en los análisis de rutina, especialmente cuando se procesan lotes largos que contienen diferentes matrices de muestras. Para asegurar el control de calidad, se monitorearon los estándares internos y se realizaron verificaciones continuas de calibración (CCV) periódicamente a lo largo de la ejecución analítica. La supresión absoluta y la deriva relativa de los estándares internos se evaluó a lo largo del análisis, lo que demuestra aún más la estabilidad y solidez del iCAP TQe ICP-MS para la medición prolongada de muestras de matriz alta. Se incluye un conjunto completo de pruebas de control de calidad en el software Qtegra ISDS y se puede configurar (con respecto a los límites de porcentaje aplicables, la tasa de repetición y las acciones en caso de advertencia / falla) según sea necesario. Esto incluye también las pruebas de recuperación de picos, como se usa en la continuación de esta nota.

>

Preparación de la muestra

Se utilizaron botellas de polipropileno previamente limpias para la preparación de todos los espacios en blanco, estándares y muestras. Las botellas se enjuagaron con agua ultrapura ($18,2 M\Omega \cdot cm^{-1}$) y se dejaron secar en una campana limpia de flujo laminar antes de su uso. Se prepararon cuatro materiales de referencia certificados (Hojas de manzana, NIST (Instituto Nacional de Estándares y Tecnología) 1515; Hígado bovino, NIST 1577c; Harina de arroz NIST 1568b y leche en polvo BCR 685 (Comisión Europea)) y un total de 18 muestras de alimentos individuales, tanto orgánicos como inorgánicos (los detalles se muestran en la Figura 2 y la Tabla 2) para evaluar el iCAP TQe ICP-MS para este análisis. Todas las muestras se digirieron antes del análisis.



Figura 2. Analizó la imagen de muestra de alimentos.

Tabla 2. Resumen de las muestras analizadas, incluido el estado, el material de empaque y el origen

			, ,	
	Ítem	Estatus	Empaque	Origen del producto
1	Frambuesa orgánica	Liofilizado	Bolsa de papel de aluminio	Alemania
2	Frambuesa	Liofilizado	Bolsa de papel de aluminio	Alemania
3	Fresa orgánica	Liofilizado	Bolsa de papel de aluminio	Alemania
4	Fresa	Liofilizado	Bolsa de papel de aluminio	Alemania
5	Polvo de naranja	Liofilizado	Bolsa de papel de aluminio	Alemania
6	Polvo de arándano	Liofilizado	Bolsa de papel de aluminio	Alemania
7	Arroz	Sin cocer	Bolsa de plástico	Países Bajos
8	Avellanas	Sin cocer	Bolsa de plástico	Turquía
9	Maní	Sin cocer	Bolsa de plástico	América del Sur
10	La semilla de Chía	Sin cocer	Bolsa de plástico	América del Sur
11	Polvo de especias de mezcla de curry	Polvo	Bolsa de plástico	India
12	Orégano	Secado	Botella de vidrio	Alemania
13	Ají	Secado	Botella de plástico	China
14	Polvo de pimentón	Polvo	Botella de vidrio	Hungría
15	Albahaca	Secado	Botella de vidrio	Alemania
16	Levadura	Secado	Bolsa de papel de aluminio	Alemania
17	Harina para todo uso (tipo 405)	Sin cocer	Bolsa de papel	Alemania
18	Harina de pan (tipo 550)	Sin cocer	Bolsa de papel	Alemania

Se pesó con precisión una alícuota de aproximadamente 0,3 a 0,4 g de cada muestra y se digirió con ácido una mezcla de 5 ml de HNO₃ (68% de grado Optima [™], Fisher Chemicals) y 1 ml de HCI (35% de grado Optima [™], Fisher Chemicals) en un sistema de digestión por microondas de recipiente cerrado (Milestone ETHOS 1). Después de la digestión, las muestras se prepararon hasta 50 ml con agua ultrapura, de modo que la cantidad de sólidos disueltos totales fue de alrededor del 0,6% en la solución de muestra medida. No se aplicó ninguna dilución adicional antes del análisis. Todos los blancos, estándares de calibración y muestras de control de calidad (QC) se prepararon usando HNO H al 2% v/v, reemplazando el material de referencia certificado con estándares de un solo elemento (SPEX CertiPrep, Metuchen, NJ, EE. UU.) Para dar como resultado las concentraciones enumeradas en la Tabla 3.

Tabla 3. Concentración de las soluciones de calibración (todos los valores expresados en mg \cdot L $^{\text{-1}})$

Grupo estándar	Elemento	STD-1	STD-2	STD-3	STD-4	QC (CCV)
Grupo 1	Ag, Al, As, Au, Be, Cd, Ce, Co, Cr, Cu, Hg, Mo, Ni, Th, U, V, Zn, Pb, Pt, Sb, Se, Sn	0.0001	0.001	0.005	0.01	0.001
Grupo 2	Li, B, Mn, Ba, Rb, Sr	0.002	0.02	0.1	0.2	0.02
Grupo 3	Na, Ca, K, Fe, Mg, P, S	2	20	100	200	-

Se añadió una solución estándar interna, que contenía Sc, Ga, In, Tb y Tl, todos a 5 μ g \cdot L⁻¹ en 2% v / v HNO H a todas las muestras mediante una pieza en T (velocidad de mezcla entre el estándar interno y las muestras 1:1) antes de entrar en el nebulizador. Los estándares internos se seleccionaron para cubrir todo el rango de masas de los analitos seleccionados con el fin de obtener la mejor corrección posible para posibles efectos de matriz o desviaciones. La asignación de los diferentes estándares internos a los elementos individuales se destaca en la Tabla 3.

Los detalles de los modos de medición, los parámetros de adquisición y los estándares internos utilizados para cada elemento se resumen en la Tabla 4. Para analizar todos los elementos usando un solo modo, la configuración predeterminada del Asistente de desarrollo de métodos del buscador de reacciones se modificó en consecuencia.

Analito	Tiempo de permanencia(s)	Resolución Q1	Resolución Q3	Estándar interr
⁷ Li	0.1	Alta	Normal	45 _{Sc} 16 _O
⁰Be	0.1	Alta	Normal	45 _{Sc} 16 _O
11_	0.1	Alto	Normal	15- 16-

Cuadro 4. Estándares internos utilizados para cada elemento con los	isótopos objetivo correspondientes, Q1, Q3 y tiempos de permanencia
---	---

Analito	Tiempo de permanencia(s)	Resolución Q1	Resolución Q3	Estándar interno
⁷ Li	0.1	Alta	Normal	45 _{Sc} 16 _O
°Be	0.1	Alta	Normal	45 _{Sc} 16 _O
11 _B	0.1	Alta	Normal	45 _{Sc} 16 _O
23 _{Na}	0.05	Alta	Alta	45 _{Sc} 16 _O
²⁴ Mg	0.05	Alta	Alta	45 _{Sc} 16 _O
27 _{AI}	0.1	Normal	Normal	45 _{Sc} 16 _O
³¹ P as ³¹ P ¹⁶ O at <i>m/z</i> 47	0.1	Alta	Alta	45 _{Sc} 16 _O
³² S as ³² S ¹⁶ O at <i>m/z</i> 48	0.1	Alta	Alta	45 _{Sc16} O
39 _K	0.05	Alta	Alta	45Sc16O
40 Ca as 40 Ca 16 O at <i>m/z</i> 56	0.05	Alta	Alta	⁴⁵ Sc ¹⁶ O
51 V as 51 V 16 O at <i>m/z</i> 67	0.1	Normal	Normal	45Sc16O
⁵² Cr as ⁵² Cr ¹⁶ O at <i>m/z</i> 68	0.1	Normal	Normal	⁴⁵ Sc ¹⁶ O
55 _{Mn}	0.1	Normal	Normal	⁴⁵ Sc ¹⁶ O
56 _{Fe}	0.05	Alta	Alta	⁴⁵ Sc ¹⁶ O
59 _{Co}	0.1	Normal	Normal	⁷¹ Ga
60 _{Ni}	0.1	Normal	Normal	⁷¹ Ga
63 _{Cu}	0.1	Normal	Normal	⁷¹ Ga
66 _{Zn}	0.1	Normal	Normal	71 _{Ga}
⁷⁵ As as ⁷⁵ As ¹⁶ O at <i>m/z</i> 91	0.1	Normal	Normal	⁷¹ Ga
⁸⁰ Se as ⁸⁰ Se ¹⁶ O at <i>m/z</i> 96	0.1	Normal	Normal	⁷¹ Ga
85 _{Rb}	0.1	Normal	Normal	⁷¹ Ga
⁸⁸ Sr as ⁸⁸ Sr ¹⁶ O at <i>m/z</i> 104	0.1	Normal	Normal	⁷¹ Ga
⁹⁸ Mo as ⁹⁸ Mo ¹⁶ O at <i>m/z</i> 114	0.1	Normal	Normal	¹¹⁵In
107 _{Ag}	0.1	Normal	Normal	¹¹⁵In
¹¹¹ Cd	0.1	Normal	Normal	¹¹⁵In
118 _{Sn}	0.1	Normal	Normal	¹¹⁵In
121 _{Sb}	0.1	Normal	Normal	¹¹⁵In
^{138}Ba as $^{138}Ba^{16}O$ at <i>m/z</i> 154	0.1	Normal	Normal	159 _{Tb} 16 _O
197 _{Au}	0.1	Normal	Normal	159 _{Tb} 16 _O
202 _{Hg}	0.1	Normal	Normal	159 _{Tb} 16 _O
208 _{Pb}	0.1	Normal	Normal	205 _{TI}
²³⁸ U as ²³⁸ U ¹⁶ O ¹⁶ O at <i>m/z</i> 270	0.1	Normal	Normal	205 _{Tl}

Resultado y discusión

Evaluación de linealidad

En un primer paso para evaluar el rendimiento general del método para el análisis de elemento traza en muestras de alimentos, se determinaron los límites de detección alcanzables y el rango dinámico lineal mediante la adquisición de una curva de calibración. Para todos los analitos, se demostró la linealidad del método en un rango de concentración que cubre al menos cuatro órdenes de magnitud (consulte la Tabla 3 para conocer los rangos de calibración aplicables). ICP-MS puede cubrir un rango dinámico lineal de hasta 10 órdenes de magnitud para un solo isótopo, de modo que incluso las grandes diferencias de concentración entre muestras individuales no son motivo de preocupación.

Sensibilidad (límite de detección)

En general, la sensibilidad obtenida en los modos que utilizan el CRC se reduce en comparación con el modo estándar (sin eliminación de interferencias), especialmente para elementos de baja masa como el litio (Li), el berilio (Be) o el boro (B). Especialmente en la discriminación de la energía cinética (KED), utilizando un potencial de sesgo positivo adicional hacia la entrada del cuadrupolo de análisis, la sensibilidad por unidad de concentración puede reducirse en varios órdenes de magnitud. Sin embargo, debido a una señal de fondo reducida, los límites de detección suelen ser al menos comparables.

En un modo de triple cuadrupolo, el potencial de polarización entre CRC y Q3 se establece típicamente en una diferencia

negativa de hasta 7 V, de modo que parte de la pérdida de señal debido a colisiones con moléculas de gas se puede compensar. Por lo tanto, los elementos con baja masa se pueden analizar con éxito y con buenos límites de detección utilizando el mismo modo de análisis que los metales de transición "típicos", lo que requiere el uso del CRC para eliminar las interferencias. La Figura 3 muestra que el analito con la masa más baja investigado en este estudio (⁷Li) puede detectarse con una excelente correlación, R²> 0,9999 y buenos límites de detección.

Para medir elementos nutritivos, potencialmente presentes en altas concentraciones (grupo de calibración estándar 3) y que causan intensidades de señal muy altas, el iCAP TQe ICP-MS puede usar configuraciones de resolución variable para ambos cuadrupolos (Q1 y Q3). Cambiar la resolución promedio del tercer cuadrupolo (Q3) de resolución normal (aproximadamente 0,75 amu de ancho de pico) a alta resolución (aproximadamente 0,35 amu de ancho de pico) puede atenuar las señales para permitir su medición directa sin impacto negativo en la vida útil del detector.

Los resultados obtenidos con el iCAP TQe ICP-MS muestran excelentes resultados basados en los coeficientes de correlación (R²) de las curvas de calibración obtenidas. La Figura 4 muestra la curva de calibración para 39K para concentraciones de 0, 5, 20, 100 y 500 mg \cdot L-1 con R² = 0.9999. Esto permite la verificación de la concentración de elementos nutritivos en la muestra de alimento sin dilución adicional.



Figura 3. Curva de calibración para ⁷Li 7 m / z en TQ-O₂ en modo de masa



Figura 4. Curva de calibración para 39K 39 m / z en TQ-O $_2$ en modo de masa

La Tabla 5 muestra el R², los límites de detección (LOD) y la concentración equivalente de fondo (BEC). Los LOD se calcularon a partir de tres veces la desviación estándar de diez mediciones repetidas del blanco de calibración. Los LOD para todos los elementos de interés están significativamente por debajo de los niveles esperados requeridos para el análisis de muestras de alimentos.

Analito	Coeficiente de correlación, R ²	BEC (μg⋅L ⁻¹)	LOD (µg⋅L ⁻¹)
⁷ Li	>0.9999	0.06	0.15
°Be	0.9997	0.01	0.07
11 _B	0.9998	0.67	0.38
²³ Na	>0.9999	16.1	0.92
²⁴ Mg	0.9999	0.31	0.20
27 _{AI}	>0.9999	0.98	0.19
³¹ P as ³¹ P ¹⁶ O at <i>m/z</i> 47	0.9999	4.0	0.77
³² S as ³² S ¹⁶ O at <i>m/z</i> 48	0.9999	7.3	0.45
³⁹ K	0.9999	14.8	0.17
40 Ca as 40 Ca 16 O at <i>m/z</i> 56	0.9998	13.8	0.15
51 V as 51 V 16 O at <i>m/z</i> 67	0.9999	0.004	0.004
$^{52}Cr \text{ as } ^{52}Cr^{16}O \text{ at } m/z 68$	0.9997	0.07	0.02
55 _{Mn}	0.9998	0.009	0.006
56 _{Fe}	0.9986	0.2	0.06
59 _{Co}	0.9996	0.007	0.003
60 _{Ni}	0.9995	0.04	0.005
⁶³ Cu	0.9996	0.04	0.02
66 _{Zn}	0.9996	0.11	0.04
⁷⁵ As as ⁷⁵ As ¹⁶ O at <i>m/z</i> 91	0.9994	0.004	0.01
⁸⁰ Se as ⁸⁰ Se ¹⁶ O at <i>m/z</i> 96	0.9995	0.004	0.02
⁸⁵ Rb	0.9999	0.005	0.003
⁸⁸ Sr as ⁸⁸ Sr ¹⁶ O at <i>m/z</i> 104	0.9996	0.009	0.01
⁹⁸ Mo as ⁹⁸ Mo ¹⁶ O at <i>m/z</i> 114	>0.9999	0.008	0.01
107 _{Ag}	>0.9999	0.004	0.002
¹¹¹ Cd	0.9997	0.0004	0.002
118 _{Sn}	>0.9999	0.03	0.01
¹²¹ Sb	>0.9999	0.003	0.004
¹³⁸ Ba as ¹³⁸ Ba ¹⁶ O at <i>m/z</i> 154	0.9999	0.007	0.006
197 _{Au}	0.9999	0.02	0.005
202 _{Hg}	>0.9999	0.009	0.009
208 _{Pb}	0.9999	0.005	0.003
²³⁸ U as ²³⁸ U ¹⁶ O ¹⁶ O at <i>m/z</i> 270	>0.9999	0.0003	0.0004

Tabla 5. Resultados de los datos de R², LOD y BEC para el análisis de 32 elementos en 2% HNO₃

Método de validación

Como parte de este estudio, se analizaron cuatro materiales de referencia de alimentos (hojas de manzana, hígado de bovino, harina de arroz y leche en polvo) y 18 muestras de alimentos diferentes como réplicas técnicas para evaluar la repetibilidad de los resultados. Los resultados obtenidos muestran que las concentraciones calculadas de los elementos objetivo coincidieron con los valores certificados con precisión, lo que demuestra la precisión del método. Para todos los materiales de referencia, se midieron al menos 10 muestras individuales, por lo que también se demostró que el método ofrece una precisión excelente (Tabla 6).

De los materiales de referencia seleccionados, NIST SRM 1515 (hojas de manzano) plantea un desafío significativo para el análisis utilizando ICP-MS de cuadrupolo único. Dado que este material de referencia contiene aproximadamente 17 mg \cdot kg-1 de neodimio (Nd) y 3 mg \cdot kg-1 de gadolinio (Gd), respectivamente, las interferencias de doble carga resultantes conducen a un sesgo considerable en los resultados para el

arsénico y el selenio. Incluso considerando la dilución durante la preparación de la muestra, las concentraciones finales en las soluciones medidas pueden dar como resultado señales de varios cientos de miles de cps. Utilizando el modo de cambio de masa $TQ-O_2$ (como se muestra en la Figura 1), las interferencias con doble carga se eliminaron de manera eficiente, lo que llevó a una excelente concordancia de los resultados con las concentraciones certificadas. Los resultados obtenidos para todos los CRM y límites de detección de métodos (MDL) se resumen en la Tabla 6. Las MDL se basan en los límites de detección instrumental resumidos en la Tabla 5 pero considerando el factor de dilución de 150 incurrido durante el proceso de digestión.

Las concentraciones típicas encontradas en los materiales de referencia analizados cubren un amplio rango de concentración, desde niveles por debajo de μ g · kg-1 hasta niveles de% bajos, lo que demuestra la importancia del rango dinámico lineal del iCAP TQe ICP-MS.

Tabla 6. Resultados cuantitativos obtenidos para las muestras de alimentos CRM. La concentración de analitos se expresa como mg · L·	 Todos los números anotados
con * son valores de referencia conocidos (valores esperados).	

Analito	MDL	Hojas de manzana	a, NIST 1515, (n=28)	Rice flour, NIST 1	I568b, (n=10)
		Certificado	Medido	Certificado	Medido
7Li	0.02	-	0.1 ± 0.03	0.01 ± 0.004	-
°Be	0.01	-	0.02 ± 0.01	<mdl< td=""><td>-</td></mdl<>	-
11 _B	0.06	27.6 ± 2.8	33.1 ± 3.3	0.68 ± 0.08	-
23 _{Na}	0.14	24.4 ± 2.1	25.9 ± 3.3	7.1 ± 0.8	6.74 ± 0.19
24 _{Mg}	0.03	2,710 ± 120	2,761 ± 78	552 ± 26	559 ± 10
27 _{Al}	0.03	284.5 ± 5.8	269 ± 2.9	4.6 ± 0.42	4.21 ± 0.34
³¹ P as ³¹ P ¹⁶ O at <i>m/z</i> 47	0.12	$1,593 \pm 68$	1,611 ± 114	1,158 ± 57	$1,530 \pm 40$
³² S as ³² S ¹⁶ O at <i>m/z</i> 48	0.07	1,800*	1,751 ± 116	$1,159 \pm 46$	$1,200 \pm 10$
39 _K	0.25	16,080 ± 210	16,483 ± 83	$1,185 \pm 0.6$	1,281 ± 11
⁴⁰ Ca as ⁴⁰ Ca ¹⁶ O at <i>m/z</i> 56	0.22	15,250 ± 100	15,108 ± 121	120 ± 4	118.4 ± 3.1
51 V as 51 V 16 O at <i>m/z</i> 67	0.001	0.254 ± 0.027	0.22 ± 0.01	0.01 ± 0.003	-
⁵² Cr as ⁵² Cr ¹⁶ O at <i>m/z</i> 68	0.003	0.3*	0.3 ± 0.02	0.05 ± 0.002	-
55 _{Mn}	0.001	54.1 ± 1.1	54.0 ± 2	19.3 ± 0.57	19.2 ± 1.8
56 _{Fe}	0.01	82.7 ± 2.6	84.8 ± 5.6	8.2 ± 0.6	7.42 ± 0.44
⁵⁹ Co	0.0004	0.09*	0.095 ± 0.004	0.019 ± 0.0009	0.0177 ± 0.0005
60 _{Ni}	0.001	0.936 ± 0.094	0.9 ± 0.04	0.21 ± 0.008	
63 _{Cu}	0.003	5.69 ± 0.13	5.1 ± 0.2	2.3 ± 0.05	2.35 ± 0.16
66 _{Zn}	0.01	12.45 ± 0.43	11.8 ± 0.4	18.5 ± 0.4	19.42 ± 0.26
75 _{As as} 75 _{As} 16 _O at <i>m/z</i> 91	0.002	-	0.04 ± 0.004	0.29 ± 0.01	0.285 ± 0.014
⁸⁰ Se as ⁸⁰ Se ¹⁶ O at <i>m/z</i> 96	0.003	-	0.05 ± 0.01	0.31 ± 0.02	0.365 ± 0.029
85 _{Rb}	0.0005	10.2 ± 1.6	9.0 ± 1.1	6.18 ± 0.21	6.198 ± 0.026
⁸⁸ Sr as ⁸⁸ Sr ¹⁶ O at <i>m/z</i> 104	0.002	25.1 ± 1.1	24.7 ± 4.2	0.156 ± 0.007	-
⁹⁸ Mo as ⁹⁸ Mo ¹⁶ O at <i>m/z</i> 114	0.002	0.095 ± 0.011	0.09 ± 0.01	1.51 ± 0.05	1.451 ± 0.048
107 _{Ag}	0.0004	-	0.01 ± 0.0002	0.002 ± 0.0001	-
111 _{Cd}	0.0003	0.0132 ± 0.0015	0.01 ± 0.002	0.020 ± 0.0001	0.0224 ± 0.0013

Continuación de la Tabla 6. Resultados cuantitativos obtenidos para las muestras de alimentos CRM. La concentración de analitos se expresa como mg · L-1. Todos los números anotados con * son valores de referencia conocidos (valores esperados).

Analito	MDI	Hojas de manzana	n, NIST 1515, (n=28)	Harina de arroz, NIST 1568b, (n=10)		
Ananto	WIDE	Certificado	Medido	Certificado	Medido	
¹¹⁸ Sn	0.002	-	0.2 ± 0.01	0.007 ± 0.002	0.005 ± 0.0001	
¹²¹ Sb	0.001	0.013*	0.02 ± 0.001	0.004 ± 0.0005	-	
138 Ba as 138 Ba 16 O at <i>m/z</i> 154	0.001	48.8 ± 2.3	46.8 ± 2.3	0.14 ± 0.01	-	
¹⁹⁷ Au	0.001	0.001*	0.001 ± 0.002	0.002 ± 0.001	-	
²⁰² Hg	0.001	0.0432 ± 0.0023	0.04 ± 0.002	0.0066 ± 0.0008	0.00591 ± 0.00036	
²⁰⁸ Pb	0.0004	0.47 ± 0.024	0.49 ± 0.02	0.008 ± 0.0003	0.008 ± 0.0003	
238 U as 238 U 16 O 16 O at <i>m/z</i> 270	0.0001	0.006*	0.007 ± 0.0004	0.0004 ± 0.00001	-	

A		Hojas de manzana	a, NIST 1577c (n=10)	Leche en polvo	o BCR 685 (n=10)
Analito	MDL	Certificado	Medido	Certificado	Medido
⁷ Li	0.02	0.01 ± 0.004	-	0.03 ± 0.003	-
°Be	0.01	<mdl< td=""><td>-</td><td><mdl< td=""><td>-</td></mdl<></td></mdl<>	-	<mdl< td=""><td>-</td></mdl<>	-
¹¹ B	0.06	0.34 ± 0.03	-	1.5 ± 0.06	-
²³ Na	0.24	2,239 ± 31	$2,300 \pm 64$	4,312 ± 5	4,370 ± 31
²⁴ Mg	0.03	614 ± 8	620 ± 42	1260 ± 5	$1,263 \pm 0.024$
²⁷ AI	0.03	6.9 ± 0.7	-	2.9 ± 0.1	-
³¹ P as ³¹ P ¹⁶ O at <i>m/z</i> 47	0.12	10,149 ± 287	-	$10,156 \pm 50$	11,100 ± 130
³² S as ³² S ¹⁶ O at <i>m/z</i> 48	0.07	7,755 ± 204	$7,490 \pm 340$	$3,338 \pm 50$	
³⁹ K	0.25	10,361 ± 381	$10,230 \pm 640$	17,105 ± 184	17,680 ± 190
40 Ca as 40 Ca 16 O at <i>m/z</i> 56	0.22	134 ± 2	131 ± 10	13,287 ± 103	13,490 ± 100
⁵¹ V as ⁵¹ V ¹⁶ O at <i>m/z</i> 67	0.001	0.01 ± 0.0006	0.0092 ± 0.0007	0.072 ± 0.0004	-
⁵² Cr as ⁵² Cr ¹⁶ O at <i>m/z</i> 68	0.003	0.06 ± 0.014	0.053 ± 0.014	0.046 ± 0.009	-
⁵⁵ Mn	0.001	10.5 ± 0.2	10.46 ± 0.47	0.23 ± 0.02	
⁵⁶ Fe	0.01	222 ± 12	197.94 ± 0.65	2.6 ± 0.06	2.32 ± 0.23
⁵⁹ Co	0.0004	0.35 ± 0.0016	0.300 ± 0.018	0.01 ± 0.005	-
⁶⁰ Ni	0.001	0.05 ± 0.002	0.0445 ± 0.0092	0.09 ± 0.009	-
⁶³ Cu	0.003	299 ± 13	275.2 ± 4.6	0.64 ± 0.003	0.602 ± 0.019
⁶⁶ Zn	0.01	188 ± 3	181.1 ± 1	48.6 ± 0.2	49.0 ± 0.6
⁷⁵ As as ⁷⁵ As ¹⁶ O at <i>m/z</i> 91	0.002	0.02 ± 0.002	0.0196 ± 0.0014	0.004 ± 0.001	-
⁸⁰ Se as ⁸⁰ Se ¹⁶ O at m/z 96	0.003	2.0 ± 0.05	2.031 ± 0.045	0.13 ± 0.06	0.129*
85Rb	0.0005	35 ± 0.9	-	19.9 ± 0.2	-
⁸⁸ Sr as ⁸⁸ Sr ¹⁶ O at <i>m</i> /z 104	0.002	0.109 ± 0.006	0.0953 ± 0.0042	4.3 ± 0.03	-
⁹⁸ Mo as ⁹⁸ Mo ¹⁶ O at <i>m/z</i> 114	0.002	3.2 ± 0.02	3.3 ± 0.13	0.33 ± 0.02	0.33*
¹⁰⁷ Ag	0.0004	0.006 ± 0.0002	-	0.0007 ± 0.0002	-
¹¹¹ Cd	0.0003	0.099 ± 0.0002	0.097 ± 0.0014	0.013 ± 0.0002	-
¹¹⁸ Sn	0.002	0.011 ± 0.0002	-	0.056 ± 0.0002	-
¹²¹ Sb	0.001	0.003 ± 0.0006	-	0.0009 ± 0.0002	-
¹³⁸ Ba as ¹³⁸ Ba ¹⁶ O at m/z 154	0.001	0.042 ± 0.002	-	0.975 ± 0.004	-
¹⁹⁷ Au	0.001	0.0036 ± 0.002	-	0.0032 ± 0.0004	-
²⁰² Hg	0.001	0.0068 ± 0.0009	-	0.001 ± 0.0002	-
²⁰⁸ Pb	0.0004	0.0067 ± 0.001	0.0628 ± 0.001	0.021 ± 0.006	0.0185 ± 0.0027
238 U as 238 U 16 O 16 O at <i>m/z</i> 270	0.0001	0.0008 ± 0.00005	-	0.0003 ± 0.00002	-

La Tabla 7 muestra los resultados obtenidos para diferentes muestras de alimentos y proporciona información detallada sobre las concentraciones de elementos tanto tóxicos como nutritivos. No se observaron diferencias significativas en las concentraciones de elementos tóxicos o nutritivos entre alimentos cultivados orgánicos y no orgánicos.

Analito	Frambuesa orgánica	Frambuesa	Fresa orgánica	fresa	Naranja orgánica	Arándano orgánico	Arroz	Avella- nas	Maní
⁷ Li	0.01	0.01	0.02	0.01	0.05	0.004	0.01	0.01	0.01
°Ве	0.01	<mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<>	<mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<>	<mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<>	<mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<>	<mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<>	<mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""></mdl<></th></mdl<></th></mdl<>	<mdl< th=""><th><mdl< th=""></mdl<></th></mdl<>	<mdl< th=""></mdl<>
¹¹ B	10.9	6.6	13.1	13.6	12.6	6.8	0.8	18.6	19.4
²³ Na	6.0	5.5	13.8	156	76.6	2.2	8.2	5.5	239
²⁴ Mg	1,352	968	1,283	1,148	731	384	270	1,376	1,784
²⁷ AI	6.2	5.5	17.4	9.9	2.4	8.9	4.1	6.7	1.6
³¹ P as ³¹ P ¹⁶ O at <i>m</i> /z 47	1,667	1,282	1,963	2,287	1,256	732	1,075	2,686	3,935
³² S as ³² S ¹⁶ O at <i>m</i> /z 48	706	632	758	789	491	449	942	1,274	1,760
³⁹ K	12,207	11,110	12,782	14,953	12,697	4,657	850	6,028	7,343
⁴⁰ Ca as ⁴⁰ Ca ¹⁶ O at <i>m/z</i> 56	1,644	1,527	2,169	1,201	1,363	1,135	55.2	1,323	630
⁵¹ V as ⁵¹ V ¹⁶ O at <i>m/z</i> 67	0.01	0.01	0.04	0.04	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
⁵² Cr as ⁵² Cr ¹⁶ O at <i>m/z</i> 68	0.02	0.02	0.1	0.09	0.10	0.07	0.004	0.02	0.002
⁵⁵ Mn	132	100	28.3	26.2	1.5	155	9.9	31.7	11.1
⁵⁶ Fe	28.7	24.3	42.9	17.2	6.9	9.9	2.7	28.3	14.2
⁵⁹ Co	0.4	0.2	0.3	0.1	0.02	0.004	0.01	0.1	0.08
⁶⁰ Ni	3.6	2.8	2.1	0.2	0.2	0.7	0.5	1.4	0.4
⁶³ Cu	6.2	6.8	3.8	2.9	2.2	2.9	3.0	14.3	5.5
⁶⁶ Zn	21.3	18.6	9.5	9.3	2.5	4.8	19.1	18.7	46.1
⁷⁵ As as ⁷⁵ As ¹⁶ O at <i>m/z</i> 91	0.02	0.01	0.02	0.01	0.003	0.004	0.1	0.01	0.004
⁸⁰ Se as ⁸⁰ Se ¹⁶ O at <i>m/z</i> 96	0.004	0.003	0.003	0.01	0.01	0.01	0.04	0.01	0.04
⁸⁵ Rb	3.5	4.3	10.1	3.7	9.5	15.3	0.4	7.6	1.4
⁸⁸ Sr as ⁸⁸ Sr ¹⁶ O at <i>m/z</i> 104	5.2	6.1	7.7	9.6	8.7	2.4	0.2	8.0	4.3
⁹⁸ Mo as ⁹⁸ Mo ¹⁶ O at <i>m/z</i> 114	0.2	0.1	0.3	0.5	0.1	0.1	1.2	0.03	5.3
¹⁰⁷ Ag	0.003	0.003	0.001	0.001	0.001	0.001	0.002	0.003	0.001
¹¹¹ Cd	0.2	0.13	0.02	0.005	0.0003	0.01	0.04	0.02	0.03
¹¹⁸ Sn	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.003
¹²¹ Sb	0.002	0.001	0.001	0.002	0.0004	0.001	0.004	0.003	0.0005
¹³⁸ Ba as ¹³⁸ Ba ¹⁶ O at <i>m</i> /z 154	3.6	3.6	11.2	5.4	1.3	13.3	0.1	3.4	1.4
¹⁹⁷ Au	0.002	0.005	0.003	0.004	0.002	0.003	0.003	0.003	0.004
²⁰² Hg	0.002	0.002	0.003	0.002	0.001	0.002	0.003	0.002	0.002
²⁰⁸ Pb	0.01	0.01	0.01	0.02	0.01	0.005	0.004	0.01	0.001
²³⁸ U as ²³⁸ U ¹⁶ O ¹⁶ O at m/z 270	0.0003	0.0002	0.001	0.003	0.001	0.0002	0.0001	0.0003	0.0002

Tabla 7 Resultados de cuantificación	para diferentes muestras de alimentos	Todas las concentraciones se expresan er	n ma • l -1
			ing L .

<1 mg·L⁻¹ 1–10 mg·L⁻¹ 1–01000 mg·L⁻¹ >1000 mg·L⁻¹

Continuación de la Tabla 7. Resultados de cuantificación para diferentes muestras de alimentos. Todas las concentraciones se expresan en mg · L-1.

Analito	La semilla de chía	Especia de curry	Orégano	Ají	Pimentón	Albahaca	Levadu ra	Harina para todo uso	Harina de pan
⁷ Li	0.05	0.3	5.2	0.5	1.1	0.2	0.07	0.01	0.01
°Ве	<mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<>	<mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<>	<mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<>	<mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<>	<mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<>	<mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""></mdl<></th></mdl<></th></mdl<></th></mdl<>	<mdl< th=""><th><mdl< th=""><th><mdl< th=""></mdl<></th></mdl<></th></mdl<>	<mdl< th=""><th><mdl< th=""></mdl<></th></mdl<>	<mdl< th=""></mdl<>
¹¹ B	12.3	15.9	126	21.9	9.7	21.9	0.7	0.4	0.3
²³ Na	4.5	355	150	117	346	315	708	6.1	4.6
²⁴ Mg	3,952	2,719	2,509	1,708	2,243	3,704	848	230	299
²⁷ AI	10.2	235	195	34.3	177	57.0	3.9	4.1	1.4
³¹ P as ³¹ P ¹⁶ O at <i>m/z</i> 47	8,733	3,474	1,985	3,214	3,811	3,355	8,644	977	1,117
³² S as ³² S ¹⁶ O at <i>m/z</i> 48	2,877	1,996	3,227	2,289	2,021	2,532	2,871	997	997
³⁹ K	8,505	17,400	21,066	33,302	15,122	30,062	18,581	1,833	1,630
⁴⁰ Ca as ⁴⁰ Ca ¹⁶ O at <i>m/z</i> 56	5,541	6,463	17,495	1,056	1,257	17,976	305	200	164
51V as 51V16O at <i>m/z</i> 67	0.01	0.6	0.5	0.07	0.4	0.3	0.03	0.01	0.004
⁵² Cr as ⁵² Cr ¹⁶ O at <i>m/z</i> 68	0.01	1.2	0.4	0.6	3.0	0.4	0.01	0.02	0.01
⁵⁵Mn	47.3	122	143.5	10.0	17.8	166	6.9	8.2	6.3
⁵⁶ Fe	85.0	254	220	67.4	308	110	26.4	11.1	9.4
⁵⁹ Co	0.5	0.2	0.3	0.1	0.2	0.5	0.4	0.002	0.001
⁶⁰ Ni	3.0	2.1	3.0	0.6	1.7	1.6	0.1	0.03	0.05
⁶³ Cu	21.2	8.5	14.1	9.4	11.1	15.3	3.3	1.3	1.7
⁶⁶ Zn	64.8	31.8	59.2	14.2	18.4	61.2	126	8.6	9.0
⁷⁵ As as ⁷⁵ As ¹⁶ O at <i>m/z</i> 91	0.03	0.05	0.96	0.04	0.2	0.3	0.03	0.003	0.001
⁸⁰ Se as ⁸⁰ Se ¹⁶ O at <i>m/z</i> 96	0.06	0.05	0.03	0.02	0.1	0.05	0.03	0.04	0.04
⁸⁵ Rb	1.9	15.8	26.9	25.3	12.3	13.7	25.4	0.6	1.6
⁸⁸ Sr as ⁸⁸ Sr ¹⁶ O at <i>m/z</i> 104	59.6	41.0	135	4.4	12.8	75.0	7.3	0.7	0.6
⁹⁸ Mo as ⁹⁸ Mo ¹⁶ O at <i>m/z</i> 114	0.7	0.4	1.3	0.4	0.4	0.2	0.03	0.3	0.8
¹⁰⁷ Ag	0.007	0.003	0.02	0.001	0.01	0.03	0.002	0.005	0.001
¹¹¹ Cd	0.02	0.1	0.1	0.1	0.1	0.4	0.04	0.05	0.02
¹¹⁸ Sn	0.01	0.02	0.06	0.01	0.07	0.3	0.02	0.01	0.005
¹²¹ Sb	0.002	0.009	0.02	0.005	0.01	0.02	0.006	0.001	0.0006
¹³⁸ Ba as ¹³⁸ Ba ¹⁶ O at <i>m/z</i> 154	13.8	17.8	30.3	1.2	4.2	27.7	0.4	1.4	0.8
¹⁹⁷ Au	0.003	0.002	0.02	0.004	0.004	0.03	0.005	0.002	0.003
²⁰² Hg	0.001	0.004	0.02	0.002	0.002	0.02	0.002	0.001	0.001
²⁰⁸ Pb	0.004	0.2	0.4	0.1	0.4	0.7	0.006	0.01	0.002
²³⁸ U as ²³⁸ U ¹⁶ O ¹⁶ O at <i>m/z</i> 270	0.0003	0.01	0.007	0.002	0.03	0.01	0.03	0.0001	0.0001

<1 mg·L⁻¹ 1–10 mg·L⁻¹ 1–01000 mg·L⁻¹ >1000 mg·L⁻¹

Con respecto a los elementos tóxicos, se observó una concentración relativamente alta de plomo (Pb) en el orégano, la albahaca, el ají, el curry y el pimentón que en otras muestras de alimentos y podría explicarse potencialmente debido a la exposición a la contaminación de la maquinaria agrícola o el tráfico.

A fin de verificar también la exactitud de la determinación en estas muestras, todas las muestras se sometieron también a un control de recuperación de picos, lo que significa que se añadió una cantidad fija de todos los analitos (concentración según la norma 3, véase el cuadro 2 para más detalles) a cada muestra después de la etapa de digestión por microondas. Los resultados de recuperación mostraron una buena concordancia con los valores esperados con recuperaciones entre 82 y 120%, demostrando una vez más la aplicabilidad del método propuesto.

Robustez

Para un análisis fiable en un laboratorio de rutina, es importante que los resultados obtenidos sean exactos y precisos también en lotes más largos. A menudo, la respuesta del estándar interno es un buen indicador y existen límites aceptables que definen si un resultado se puede informar o no. Por lo general, la respuesta del estándar interno debe estar entre el 80 y el 120%, lo que se ha logrado en todas las mediciones. Además, las muestras de control de calidad (QC) que contienen una concentración conocida de todos los analitos se analizan periódicamente durante un lote más largo para monitorear el desempeño del instrumento.

Para simular un análisis de muestra de rutina típico, se programó un lote de muestra más grande para el análisis que contenía un blanco de preparación y 22 muestras de alimentos (CRM y muestras de alimentos). Cada secuencia de muestra en el lote se concluyó con un estándar de control de calidad (CCB y CCV) antes de reiniciar la siguiente secuencia. En resumen, se analizó un conjunto de pruebas de CC cada 22 muestras. El lote completo contenía un total de 283 muestras y se analizó en un tiempo total de aproximadamente 14 horas.

La Figura 5 muestra los resultados obtenidos para todas las muestras de CC. La RSD para todos los CCV está dentro de ± 10% durante 14 h e indica que el iCAP TQe ICP-MS permite un análisis robusto y confiable a largo plazo incluso para muestras que contienen una cantidad relativamente alta de TDS y una composición variable de la matriz de la muestra.



Figura 5. Resultados de la verificación de la calibración de CC. Las barras de error indican la desviación estándar calculada a partir de n = 14 mediciones repetidas. La línea de puntos representa el valor promedio (en%).

thermo scientific

Conclusión

El iCAP TQe ICP-MS se utilizó para analizar 32 elementos en 22 tipos de muestras de alimentos diferentes siguiendo una simple digestión por microondas. Se seleccionaron elementos tanto nutritivos como tóxicos en muestras de alimentos cultivados orgánicamente y no orgánicos analizados en grandes lotes de muestras en condiciones de laboratorio de rutina. Este método analítico fue rigurosamente probado y los resultados obtenidos demostraron claramente las ventajas analíticas avícolas:

- El modo de alta sensibilidad TQ-O₂ proporcionó el rendimiento avanzado necesario para la determinación precisa de As, Se y otros elementos en muestras complejas de matrices de alimentos que mostraban LODs sobresalientes y una respuesta lineal.
- El uso de un modo de medición única (TQ-O₂) redujo el tiempo total de análisis a <3 min / muestra (incluido el tiempo de absorción y lavado) para 32 elementos (nutritivos y tóxicos). Este tiempo de rotación de la muestra se puede reducir aún más utilizando una válvula de muestreo discreta y tendrá un impacto positivo en el rendimiento de la muestra en los laboratorios de rutina.
- El método permitió un rango dinámico lineal de hasta nueve órdenes de magnitud (0,0001–33,000 mg · kg-1) para la determinación precisa de múltiples elementos en concentraciones bajas y altas.
- Se demostró un rendimiento analítico robusto y estable durante 14 horas de adquisición continua de 270 muestras de alimentos que contenían un promedio de 0,6% de TDS.
- El software Qtegra ISDS de fácil uso permitió una evaluación integral de la gran cantidad de resultados.

El sistema iCAP-TQe ICP-MS proporciona un rendimiento superior para la determinación de elementos traza en una variedad de muestras de alimentos, lo que lo convierte en una herramienta ideal para determinaciones cuantitativas de nutrientes elementales y elementos tóxicos en los alimentos.

Referencias y agradecimientos

- 1. Declaración de la FDA sobre el arsénico en el jarabe de arroz integral, febrero de 2012 : http://www.fda.gov/ Food/FoodSafety/ FoodContaminantsAdulteration/Metals/ucm292531.html
- Niveles de metales pesados en los envases de dulces y caramelos que pueden ser consumidos por niños pequeños, Ki-Cheol Kim et al, Food Research International 41 (2008) 411-418 (2008)
- Thermo Fisher Scientific. Nota de aplicación 43446: Análisis elemental total de muestras de alimentos usando el Thermo Scientific iCAP TQ ICP-MS con autodilución. https://assets. thermofisher.com/TFS-Assets/CMD/Application-Notes/AN-43446-TQ-ICP-MS-Food- Apple-Tomato-Leaves-AN43446-EN.pdf
- Thermo Fisher Scientific. Nota técnica 43399: Rendimiento del rango dinámico lineal de la serie de Qnova de iCAP Qnova de Thermo Scientific ICP-MS. https://assets.thermofisher.com/TFS- Assets/CMD/Technical-Notes/tn-43399-icp-mslinear-dynamic-range-tn43399-en.pdf

Descubra más en thermofisher.com/TQ-ICP-MS

© 2020 Thermo Fisher Scientific Inc. Todos los derechos reservados. SPEXCertiPrep es una marca comercial de SPEX, Inc. Teledyne CETAC es una marca comercial de Teledyne Cetac Technologies. Milestone es una marca registrada de Milestone Srl. Todas las demás marcas comerciales son propiedad de Thermo Fisher Scientific y sus subsidiarias. Esta información se presenta como un ejemplo de las capacidades de los productos Thermo Fisher Scientific. No se pretende fomentar el uso de estos productos de ninguna forma que pueda infringir los derechos de propiedad intelectual de terceros. Las especificaciones, condiciones y precios están sujetos a cambios. No todos los productos están disponibles en todos los países. Consulte a sus representantes de ventas locales para obtener más detalles. AN44474-EN 0720C

