

## STANOVENÍ ŽELEZA V BIOLOGICKÝCH MATERIÁLECH METODOU ICP-DRC-MS

ANTONÍN KAŇA\* a OTO MESTEK

Ústav analytické chemie, Fakulta chemicko-inženýrská,  
Vysoká škola chemicko-technologická v Praze, Technická 5, 166 28 Praha 6  
kanaa@vscht.cz

Došlo 3.6.11, přijato 8.12.11.

Klíčová slova: železo, ICP-MS, DRC

### Úvod

Železo se řadí k velmi rozšířeným prvkům, jejichž výskyt lze očekávat prakticky všude. Je součástí hornin, půd, vod i organismů, pro které je železo důležitý biogenní prvek<sup>1</sup>. Pro člověka je železo mikronutrientem. To znamená, že tvoří méně než 0,005 % tělesné hmotnosti a postačuje pouze několik miligramů jako jeho denní příjem. Potřeba je závislá na stavu a věku člověka a pohybuje se od 9 do 15 mg den<sup>-1</sup>. Nedostatek železa se projeví jako sideropenická anemie. Nutriční nedostatek železa u nás však prakticky neexistuje<sup>2</sup>. Větším rizikem je naopak nadměrný příjem. Pokud je dlouhodobý a v množství 50 až 100 mg den<sup>-1</sup>, může mít za následek hemochromatózu, srdeční selhání nebo poškození slinivky a kloubů<sup>3</sup>. Zdroji železa ve stravě jsou ze 40 % cereálie, z 25 % maso a z 15 % zelenina. Z konkrétních potravin jsou to hlavně maso, vnitřnosti, vaječný žloutek, listová zelenina a další. Obsah železa v potravinách se pohybuje od desetin mg kg<sup>-1</sup> až po desítky mg kg<sup>-1</sup>, viz cit.<sup>4</sup>. Existují však i fortifikované potraviny, u nichž existuje nebezpečí nadměrné suplementace železa<sup>2</sup>.

Aby bylo možné obsah železa v potravinách kontrolovat, je důležité mít vhodné analytické nástroje. V současných technických normách se uplatňují jako metody pro stanovení železa v různých matricích titrační metoda s dichromanem draselným<sup>5,6</sup>, fotometrické stanovení s 1,10-fenantrolinem<sup>7</sup> nebo atomová absorpční spektrometrie v různých modifikacích<sup>8–11</sup>. Z uvedených metod se pro analýzu potravin využívá hlavně atomová absorpční spektrometrie. Zajímavou alternativou k této metodě je hmotnostní spektrometrie s indukčně vázaným plazmatem (ICP-MS). Oproti absorpční atomové spektrometrii má

Tabulka I  
Polyatomické ionty interferující se železem

Isotop Fe	Isotopové zastoupení Fe [%]	Interferenty
<sup>54</sup> Fe	5,82	<sup>40</sup> Ar <sup>14</sup> N <sup>+</sup> , <sup>37</sup> Cl <sup>16</sup> O <sup>1</sup> H <sup>+</sup>
<sup>56</sup> Fe	91,66	<sup>40</sup> Ar <sup>16</sup> O <sup>+</sup> , <sup>40</sup> Ca <sup>16</sup> O <sup>+</sup>
<sup>57</sup> Fe	2,19	<sup>40</sup> Ar <sup>16</sup> O <sup>1</sup> H <sup>+</sup> , <sup>40</sup> Ca <sup>16</sup> O <sup>1</sup> H <sup>+</sup>
<sup>58</sup> Fe	0,33	<sup>40</sup> Ar <sup>18</sup> O <sup>+</sup> , <sup>40</sup> Ca <sup>18</sup> O <sup>+</sup>

výhodu v možnosti simultánního stanovení velkého množství prvků ve vzorku, větším rozsahu linearity a nižších detekčních limitech. Stanovení některých prvků metodou ICP-MS je rušeno přítomností spektrálních interferencí, z nichž nejvíce rozšířené a také nejproblematictější jsou interference polyatomických iontů. Stanovení železa je zatíženo především interferencemi oxidových iontů argonu a vápníku<sup>12–15</sup>. Přehled interferujících iontů pro jednotlivé isotopy železa je uveden v tab. I. Stanovení na linii hlavního isotopu železa <sup>56</sup>Fe je zcela znemožněno vznikem iontů dimeru argonu. Ke stanovení je tedy možné použít méně zastoupený isotope <sup>57</sup>Fe, což je doprovázeno ztrátou citlivosti, nebo nějakým způsobem vliv rušících iontů potlačit. Rozšířeným způsobem eliminace vlivu polyatomických iontů v ICP-MS je použití dynamické reakční cely (DRC)<sup>16</sup>. Cílem předložené práce bylo nalézt vhodné podmínky pro analýzu železa právě na linii <sup>56</sup>Fe a vyvinout tak citlivou metodu jeho stanovení.

### Experimentální část

Experimenty byly realizovány na hmotnostním spektrometru PerkinElmer Sciex Elan DRC-e, který je vybaven dynamickou reakční celou a technikou axiálního pole. Vzorek byl zmlžován koncentrickým zmlžovačem s cyklonickou mlžnou komorou. Jako hmotnostní analyzátor sloužil kvadrupólový filtr. Nastavení přístroje je uvedeno v tab. II.

Roztoky, s nimiž byla prováděna měření a optimalizační experimenty, byly připraveny ředěním základních roztoků 65% HNO<sub>3</sub> (Suprapur, Merck, Darmstadt, SRN), 1000 ± 2 mg l<sup>-1</sup> Fe (Analytika Praha), 999 ± 5 mg l<sup>-1</sup> K a 1001 ± 2 mg l<sup>-1</sup> Ca (oba CertiPur, Merck, Darmstadt, SRN). Roztok pro měření spekter obsahující Ti, Cu, V, Co, Cr, Zn, Mn a Ni byl připraven z roztoků uvedených prvků o koncentraci 1 g l<sup>-1</sup> (vše Merck). Roztoky byly ředěny výhradně demineralizovanou vodou Milli-Q

\* Antonín Kaňa tuto práci úspěšně prezentoval na soutěži o cenu firmy Merck 2011 za nejlepší studentskou vědeckou práci v oboru analytické chemie.

Tabulka II  
Nastavení hlavních parametrů měření pomocí ICP-MS

Parametr	Hodnota
Trvání odečtu, ms	50
Počet odečtů na opakování	10
Počet opakování na repliku	1
Počet replik	20
Režim odečtu	odečet na vrcholu píku
Příkon plazmatu, W	1100

(Millipore, Bedford, USA). Zásobní roztok vnitřního standardu, obsahující  $2,5 \mu\text{g l}^{-1}$  Rh v  $0,5 \text{ mol l}^{-1}$   $\text{HNO}_3$ , byl připraven ředěním roztoku obsahujícího rhodium o koncentraci  $1,000 \pm 0,005 \text{ g l}^{-1}$  (Analytika Praha). V dynamické reakční cele byl jako reakční plyn použit methan (čistota 5.5, Siad, Braňany u Mostu, ČR) a jako kolizní plyn helium (čistota 5.0, Siad, Braňany u Mostu, ČR).

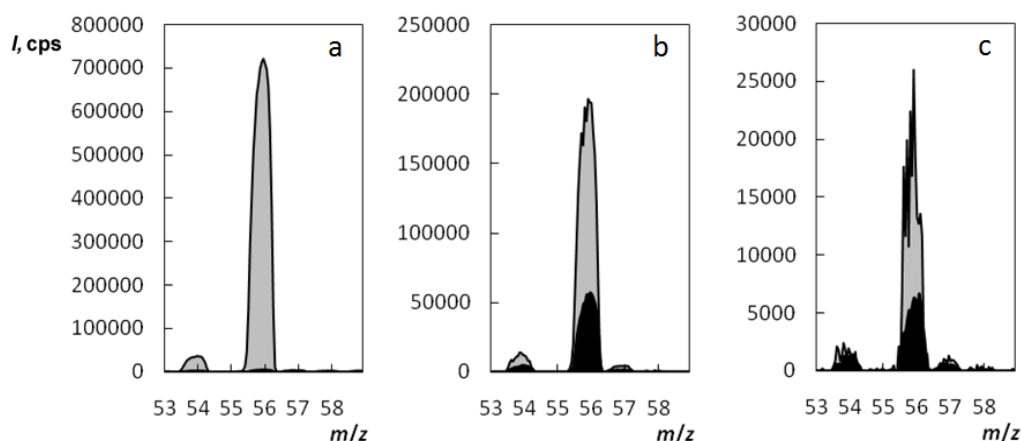
Pro ověření správnosti stanovení byl analyzován certifikovaný referenční materiál rýžové mouky Rice Flour NIST 1568a (NIST, Gaithersburg, Maryland, USA) s obsahem železa  $7,4 \pm 0,9 \mu\text{g g}^{-1}$ , vápníku  $0,118 \pm 0,006 \text{ mg g}^{-1}$  a draslíku  $1,280 \pm 0,008 \text{ mg g}^{-1}$ . Navážka cca 0,5 g vzorku byla podrobena rozkladu se 3 ml koncentrované  $\text{HNO}_3$  v mikrovlnném mineralizátoru (Uniclever BM1-Z, Plazmatronika, Polsko). Rozklad probíhal v teflonových nádobkách. Rozložené vzorky byly poté kvantitativně převedeny do odměrných baněk, byl přidán vnitřní standard a baňky byly doplněny po rýsu demineralizovanou vodou. Stejným způsobem byly připraveny slepé vzorky, u nichž však byla rozkládána pouze kyselina bez vzorku. Kvantitativní měření byla realizována metodou vnitřního standardu, kde jako vnitřní standard sloužil isotop  $^{103}\text{Rh}$ .

## Výsledky a diskuse

### Hmotnostní spektra

Prvním krokem vývoje metody bylo vyšetření vlastních interferencí. Přítomnost interferujících iontů a jejich množství bylo zkoumáno měřením hmotnostních spekter, která zahrnovala všechny isotopy železa. Jako pozadí byl měřen roztok kyseliny dusičné, která je používána při rozkladech vzorků a je v nich tedy přítomná vždy. Samotná kyselina dusičná však není zdrojem interferujících iontů a dá se tak očekávat, že ve spektru budou přítomny pouze interference pocházející od argonu a atmosférických plynů. Jedná se zejména o  $^{40}\text{Ar}^{16}\text{O}^+$  na linii  $m/z=56$  a  $^{40}\text{Ar}^{14}\text{N}^+$  na linii  $m/z=54$  (cit.<sup>12</sup>). Na obr. 1a je patrné, že intenzita signálu uvedených iontů dosahuje bez použití DRC velmi vysokých hodnot, a to  $3,6 \cdot 10^4$  cps na linii  $m/z=54$  a  $7,2 \cdot 10^5$  cps na linii  $m/z=56$ . Použitím dynamické reakční cely však došlo k výraznému poklesu intenzity signálu o jeden až dva řády na  $2,6 \cdot 10^3$  cps na linii  $m/z=54$  a  $5,5 \cdot 10^3$  cps na linii  $m/z=56$ . Podobně úroveň signálu ( $3,4 \cdot 10^3$  cps) bylo dosaženo také na linii  $m/z=57$  bez použití DRC, kde se na interferencích podílí iont  $^{40}\text{Ar}^{16}\text{O}^+\text{H}^+$ . Stanovení  $^{57}\text{Fe}$  bez použití reakční cely tak představovalo další možnost vhodnou k testování.

Na obr. 1b je zobrazeno spektrum roztoku železa. Od naměřeného hrubého signálu byl odečten signál pozadí a byl tak získán signál patřící pouze železu. To lze ověřit výpočtem isotopových poměrů, které souhlasí se skutečným zastoupením isotopů Fe. Spektrum tedy dokazuje, že použitím DRC dochází ke snížení signálu analytu, které nastává v důsledku kolizí a reakcí analytu v cele s přiváděným plynem. Na linii  $m/z=56$  poklesl signál z  $2,0 \cdot 10^5$  cps na  $5,7 \cdot 10^4$  cps, na linii  $m/z=54$  z  $1,4 \cdot 10^4$  cps na  $4,5 \cdot 10^3$  cps a na linii  $m/z=57$  z  $4,9 \cdot 10^3$  cps na  $1,2 \cdot 10^3$  cps. K poklesu citlivosti dochází při použití DRC vždy



Obr. 1. Hmotnostní spektrum roztoku 2% (v/v)  $\text{HNO}_3$  (a),  $20 \mu\text{g l}^{-1}$  Fe (b),  $1 \text{ mg l}^{-1}$  Ca (c). Bez použití DRC (šedá) a s použitím DRC (černá). Podmínky DRC:  $F_{\text{He}}=1 \text{ ml min}^{-1}$  a  $RPq=0,7$

a patří k jedné z mála nevýhod této metody. Ve srovnání s úrovní signálů interferentů  $\text{ArN}^+$  a  $\text{ArO}^+$  byl signál železa bez použití reakční cely nižší, při použití cely však byl signál interferentů dostatečně potlačen a signál železa byl pak vyšší než signál interferentů. Pro optimalizaci DRC byl využit pouze iont  $^{56}\text{Fe}^+$ , kde byla citlivost nejvyšší.

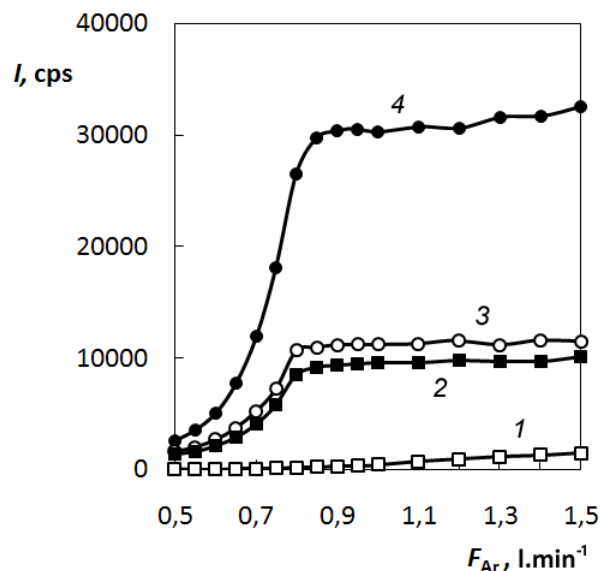
Hmotnostní spektrum roztoku vápníku, který je dalším zdrojem speciálních interferencí, je ukázáno na obr. 1c. U něj byl taktéž od hrubého signálu odečten signál pozadí. To znamená, že na linii  $m/z = 56$  je s pozadím odečten i signál iontu  $^{40}\text{Ar}^{16}\text{O}^+$  a přítomný signál patří pouze iontu  $^{40}\text{Ca}^{16}\text{O}^+$ . Aplikací DRC dochází k jeho poklesu z  $2,6 \cdot 10^4$  cps na  $6,3 \cdot 10^3$  cps, tedy na úroveň nižší než je signál pozadí za stejných podmínek.

Pro ověření, že při aplikaci reakčního plynu nedochází ke vzniku dalších interferencí, bylo změřeno i hmotnostní spektrum roztoku směsi kovů (K, Ti, Cu, V, Co, Cr, Zn, Mn a Ni), jejichž poměr hmotnosti a nábojového čísla je blízký železu. Ve spektru na obrázku 2a se vyskytuje zřetelný signál na linii  $m/z = 56$ , který však nepatří žádnému z uvedených prvků. Nabízí se tak možnost, že některý z těchto prvků vytváří polyatomické ionty interferující na této linii. Nejpravděpodobnějším vysvětlením je vznik iontů  $^{39}\text{K}^{17}\text{O}^+$  a  $^{39}\text{K}^{16}\text{O}^+\text{H}^+$ . Tato skutečnost byla potvrzena měřením spektra roztoku, který obsahoval pouze draslík (viz obr. 2b). Pomocí DRC se podařilo snížit intenzitu signálu tohoto iontu z  $2,9 \cdot 10^4$  cps na  $5,7 \cdot 10^3$  cps.

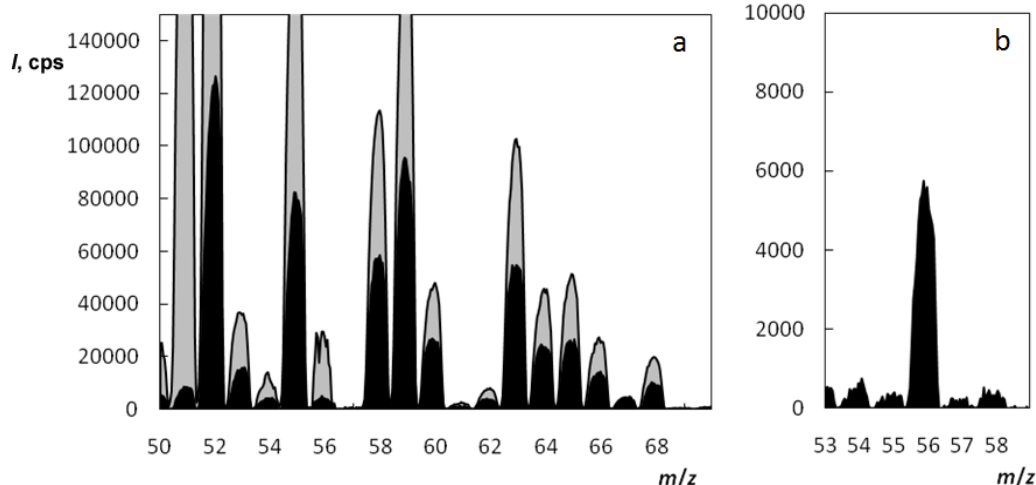
#### Optimalizace průtoku argonu zmlžovačem

Průtok nosného plynu zmlžovačem je jedním z parametrů, který významně ovlivňuje transport vzorku

do systému a k dosažení maximální účinnosti transportu je nutné jej optimalizovat. Průtok byl optimalizován v rozsahu  $0,5\text{--}1,5 \text{ dm}^3 \text{ min}^{-1}$  za použití roztoků obsahujících 2 % (v/v)  $\text{HNO}_3$ ,  $1 \text{ mg l}^{-1}$  K,  $1 \text{ mg l}^{-1}$  Ca a  $20 \text{ } \mu\text{g l}^{-1}$  Fe. Průběh závislosti intenzity signálu na průtoku argonu je uveden na obr. 3. Z obrázku je zřejmé, že při nižších průtocích signál strmě roste se vzrůstajícím průtokem až



Obr. 3. Závislost intenzity signálu na průtoku Ar zmlžovačem  $F_{\text{Ar}}$  bez chlazení mlžné komory při průtoku helia  $F_{\text{He}}=1,8 \text{ ml min}^{-1}$  a  $RPq = 0,8$ . 1 – roztok 2% (v/v)  $\text{HNO}_3$ , 2 – roztok  $1 \text{ mg l}^{-1}$  K, 3 – roztok  $1 \text{ mg l}^{-1}$  Ca, 4 – roztok  $20 \text{ } \mu\text{g l}^{-1}$  Fe

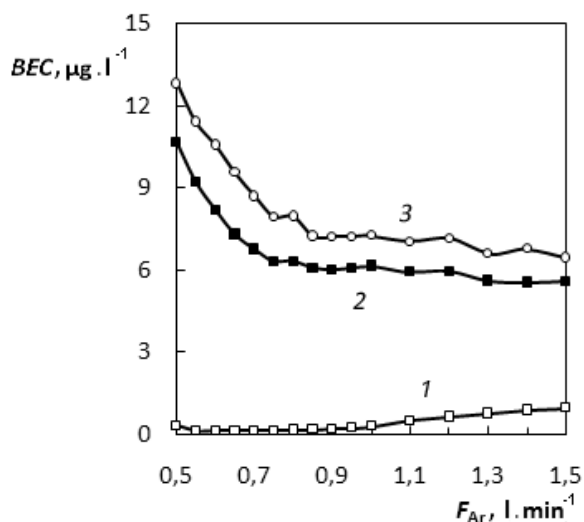


Obr. 2. Hmotnostní spektrum roztoku  $20 \text{ } \mu\text{g l}^{-1}$  Ti, Cu, V, Co, Cr, Zn, Mn, Ni a  $1 \text{ mg l}^{-1}$  K (a),  $1 \text{ mg l}^{-1}$  K (b). Bez použití DRC (šedá) a s použitím DRC (černá). Podmínky DRC:  $F_{\text{He}}=1 \text{ ml min}^{-1}$  a  $RPq=0,7$

do hodnoty průtoku  $0,85 \text{ dm}^3 \text{ min}^{-1}$ . Při vyšších hodnotách se signál stabilizuje a dále již narůstá velmi mírně. Vyšší hodnoty průtoku jsou tedy méně citlivé k případným nestabilitám. S rostoucím průtokem současně stoupá koncentrace ekvivalentní pozadí (BEC) v případě roztoku  $\text{HNO}_3$ , v případě roztoků s obsahem draslíku a vápníku naopak klesá (obr. 4). Jako optimální byla zvolena hodnota průtoku argonu  $1 \text{ dm}^3 \text{ min}^{-1}$ , při níž je signál plně stabilizovaný a úroveň falešně pozitivního signálu se blíží minimu pro všechny interferenty.

#### Optimalizace parametrů DRC

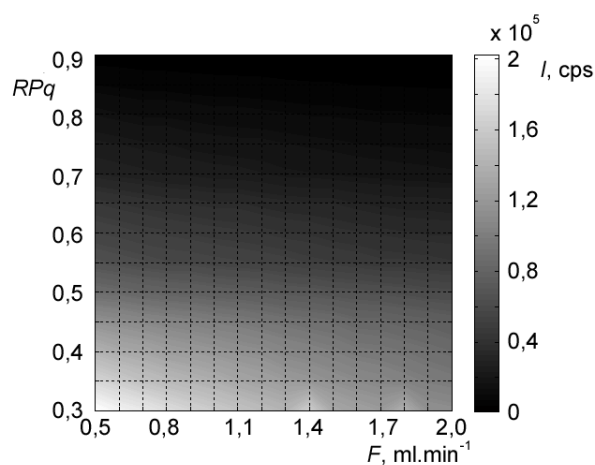
Průtok reakčního plynu celou je parametrem, který má velký vliv na efektivitu eliminace interferencí polyatomických iontů. Dalším takovým parametrem je  $RPq$  (rejection parameter  $q$ ), který úzce souvisí se střídavým napětím vloženým na tyče kvadrupólu<sup>17</sup>. Cílem bylo nalezení vhodné kombinace obou parametrů, při které je dosaženo maximální účinnosti snížení úrovně interferencí. Požadavkem bylo tedy získání maximálního signálu analytu a současně minimálního signálu interferujících iontů. V případě použití DRC plynu helia byl průtok  $F_{\text{He}}$  optimalizován v rozsahu  $0,5\text{--}2,0 \text{ ml min}^{-1}$  s krokem  $0,1 \text{ ml min}^{-1}$  a parametr  $RPq$  v rozsahu  $0,3\text{--}0,9$  s krokem  $0,05$ . V případě methanu pak byl průtok  $F_{\text{CH}_4}$  optimalizován v rozsahu  $0,1\text{--}1,0 \text{ ml min}^{-1}$  s krokem  $0,1 \text{ ml min}^{-1}$  a parametr  $RPq$  v rozsahu  $0,1\text{--}0,9$  s krokem  $0,05$ . Sledované závislosti byly zpracovány formou dvourozměrných map, jejichž ukázky jsou uvedeny na obr. 5 a 6. Na závislostech byla nalezena maxima, která se však vyskytují



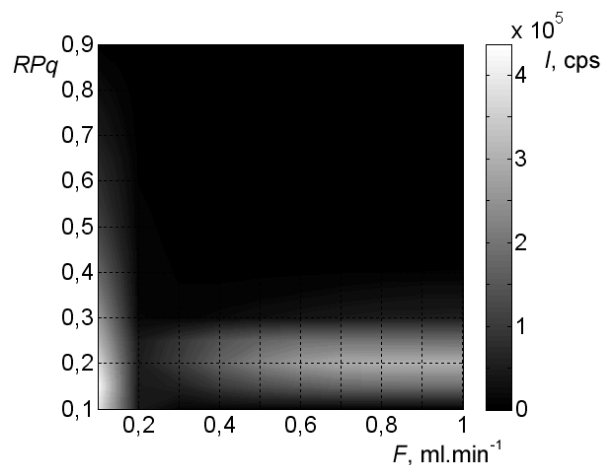
Obr. 4. Závislost koncentrace ekvivalentní pozadí (BEC) na průtoku Ar zmlžovačem  $F_{\text{Ar}}$  bez chlazení mlžné komory při průtoku helia  $F_{\text{He}}=1,8 \text{ ml min}^{-1}$  a  $RPq = 0,8$ . 1 – roztok 2% (v/v)  $\text{HNO}_3$ , 2 – roztok  $1 \text{ mg l}^{-1}$  K, 3 – roztok  $1 \text{ mg l}^{-1}$  Ca

při přibližně stejných podmínkách pro analyt i interferenty. Proto byla jako optimalizační parametr zvolena koncentrace ekvivalentní pozadí (příklad viz obr. 7 a 8). Průběh závislosti je podobný pro roztoky obsahující draslík, vápník i kyselinu dusičnou. Liší se pouze úroveň intenzity signálu. Vhodné podmínky pak byly vybrány s ohledem na co nejnižší koncentraci ekvivalentní pozadí a co nejvyšší signál analytu. Pro helium byly vybrány parametry  $F_{\text{He}}=2,0 \text{ ml min}^{-1}$ ;  $RPq=0,75$  a pro methan  $F_{\text{CH}_4}=0,5 \text{ ml min}^{-1}$ ;  $RPq=0,70$ .

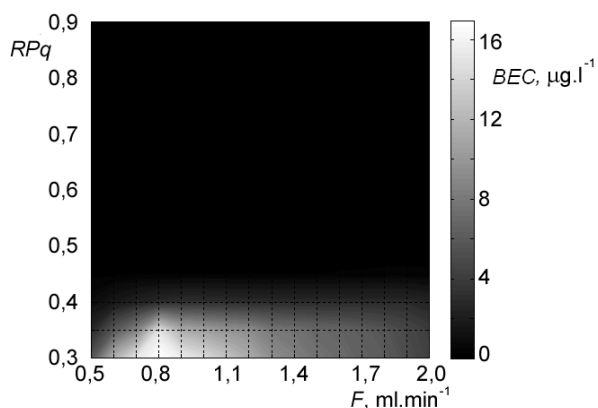
Dalším optimalizovaným parametrem byl potenciál axiálního pole. Axiální pole je vytvářeno pomocnými elektrodami umístěnými mezi tyčemi kvadrupólu uvnitř reakč-



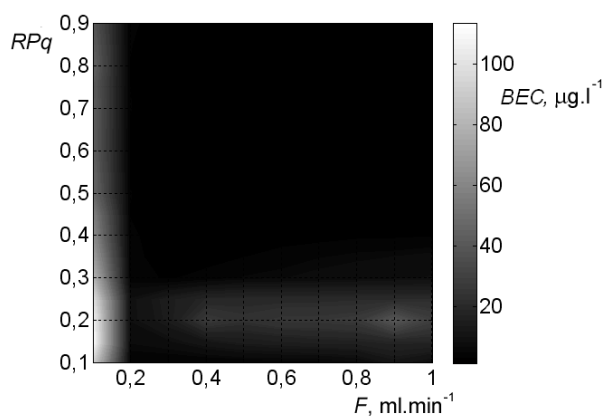
Obr. 5. Závislost intenzity signálu  $^{56}\text{Fe}$  na parametru  $RPq$  a průtoku helia  $F$  pro roztok  $1 \text{ mg dm}^{-3}$  vápníku



Obr. 6. Závislost intenzity signálu  $^{56}\text{Fe}$  na parametru  $RPq$  a průtoku methanu  $F$  pro roztok  $1 \text{ mg dm}^{-3}$  vápníku

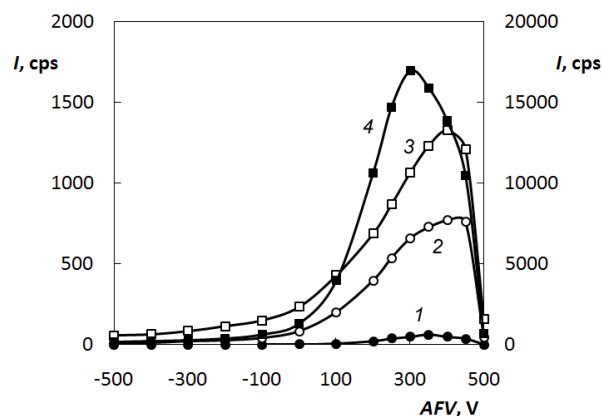


Obr. 7. Závislost koncentrace ekvivalentní pozadí (*BEC*) na parametru *RPq* a průtoku helia *F* pro roztok  $\text{HNO}_3$



Obr. 8. Závislost koncentrace ekvivalentní pozadí (*BEC*) na parametru *RPq* a průtoku methanu *F* pro roztok 2% (v/v)  $\text{HNO}_3$

ni celý<sup>18</sup>. Vložení potenciálu axiálního pole má za následek ovlivnění rychlosti průchodu iontu celou. Jestliže je vložen kladný potenciál, dochází k urychlení částice. Je-li vložen záporný potenciál, částice jsou zpomaleny. Nalezením nejvhodnější hodnoty potenciálu axiálního pole tak získáme optimální rychlost průchodu iontů celou. Závislost intenzity signálu na potenciálu je zobrazena na obr. 9. Maximum intenzity signálu železa se nalézá při potenciálu 300 V, maximum signálu pro roztok vápníku a draslíku pak při potenciálu 375 V. Volbou potenciálu axiálního pole lze tedy docílit zvýšení poměru signálu analytu ku signálu interferentu. Tento poměr byl nejvyšší při potenciálu 250 V, který byl vybrán jako nejvhodnější. Z grafu je také patrné, že snížení potenciálu axiálního pole, a tedy



Obr. 9. Optimalizace potenciálu axiálního pole při průtoku helia  $F_{\text{He}} = 2 \text{ ml min}^{-1}$  a  $RPq=0,75$ . Intenzita signálu pro roztok obsahující železo je vynesena na vedlejší ose. 1 – roztok 2% (v/v)  $\text{HNO}_3$ , 2 – roztok  $1 \text{ mg l}^{-1}$  Ca, 3 – roztok  $1 \text{ mg l}^{-1}$  K, 4 – roztok  $20 \text{ µg l}^{-1}$  Fe

snížení rychlosti průchodu částic celou, vede k většímu počtu kolizí s přítomným plynem a ke ztrátě kinetické energie iontů. Ty pak nemají dostatek energie na průlet celou, což má za následek zřetelný pokles signálu iontů v záporných hodnotách potenciálu.

#### Parametry optimalizované metody

Linearita kalibrační závislosti byla testována Mandelovým F-testem<sup>19</sup>, který je založen na předpokladu, že relativně velké odchylky měřených hodnot od přímky jsou způsobeny nelinearitou a mohou být redukovány výběrem lepšího regresního modelu, v tomto případě modelu kvadratického. Porovnávají se tak reziduální standardní odchylky lineárního a kvadratického modelu pro daný soubor dat. Linearita byla ověřována v koncentračním rozsahu 0 až  $300 \text{ µg l}^{-1}$  Fe za použití helia i methanu v DRC. Lineární závislost byla zjištěna u obou uvedených plynů v celém rozsahu testovaných koncentrací. Uvedený rozsah koncentrací je postačující pro analýzu většiny biologických materiálů, aniž by bylo potřeba vzorek výrazně ředit. V případě vzorků s vyšším obsahem soli je však nutné jej naředit, aby nedocházelo k výskytu nespektrálních interferencí a nedocházelo k usazování solí uvnitř přístroje. Analýza vzorků s nízkými koncentracemi železa pak není problémem díky stanoveným detekčním limitům. Mez detekce byla pomocí analýzy slepých pokusů stanovena jak na linii  $m/z=56$  za použití helia i methanu jako DRC plynů, tak na linii  $m/z=57$  ve standardním režimu bez použití DRC. Pro jednotlivé módy stanovení se meze detekce výrazně liší. Pro  $^{56}\text{Fe}$  za použití helia byla stanovena na  $1,36 \text{ µg l}^{-1}$  a za použití methanu na  $26,2 \text{ ng l}^{-1}$ . Na linii  $^{57}\text{Fe}$  byla mez detekce stanovena na  $0,64 \text{ µg l}^{-1}$ .

Správnost stanovení byla ověřena analýzou certifikovaného referenčního materiálu rýžové mouky obsahující  $7,4 \pm 0,9 \mu\text{g g}^{-1}$  železa. Testem výtěžnosti bylo zjištěno, že správné výsledky byly získány měřením na linii  $m/z=56$  za použití kolizního plynu helia i za použití reakčního plynu methanu. Obsah železa stanovený při použití helia byl  $7,48 \pm 0,32 \mu\text{g g}^{-1}$  a obsah stanovený při použití methanu byl  $7,35 \pm 0,32 \mu\text{g g}^{-1}$ . Tyto výsledky jsou v dobré shodě s certifikovanou hodnotou. Správnost stanovení byla prokázána také měřením na linii  $m/z=57$ , kde byl stanovený obsah železa  $6,69 \pm 0,29 \mu\text{g g}^{-1}$ . Tato hodnota již však není v tak dobré shodě s certifikovanou hodnotou. Navíc má měření na linii  $m/z=57$  mnohem nižší citlivost než měření na linii  $m/z=56$ .

## Závěr

Použitím dynamické reakční cely a optimalizací nastavení jejich parametrů se podařilo eliminovat interferenční způsobené ionty dimeru argonu na úroveň vhodnou pro analýzu železa na linii  $m/z=56$ . V reakční cele byl použit reakční plyn helium a methan, pro něž byly vybrány vhodné podmínky  $F_{\text{He}} = 2 \text{ ml min}^{-1}$  a  $RPq = 0,75$  pro helium a  $F_{\text{CH}_4} = 0,5 \text{ ml min}^{-1}$  a  $RPq = 0,70$  pro methan. Hodnota optimálního průtoku argonu zmlžovačem je  $1 \text{ dm}^3 \text{ min}^{-1}$ . Při uvedených nastavení byla pro oba plyny zjištěna linearita kalibrační závislosti v rozsahu  $0\text{--}300 \mu\text{g dm}^{-3}$  Fe. Mez detekce byla za použití helia stanovena na  $1,36 \mu\text{g dm}^{-3}$  a za použití methanu dokonce na  $26 \text{ ng dm}^{-3}$ . Stanovena byla také mez detekce na linii  $m/z=57$  ve standardním režimu bez použití DRC, a to na  $0,64 \mu\text{g dm}^{-3}$  Fe. Správnost stanovení byla zjištěna pro oba plyny na linii  $m/z=56$  i pro měření na linii  $m/z=57$  bez použití DRC. Měření na linii  $m/z=57$  však není příliš vhodné z hlediska citlivosti měření.

## LITERATURA

- Greenwood N. N., Earnshaw A.: Chemistry of Elements, 2. vyd. Butterworth-Heinemann, Oxford 1998.
- Svačina Š., Bretšnajdrová A., Holcátová I., Horáček J., Kovářová K., Kreuzbergová J., Müllerová D., Peiskerová M., Rušavý Z., Sulková S., Šmahelová A.: Klinická dietologie, 1.vyd. Grada Publishing, Praha 2008.
- Horák J., Dostálíková M., Hendrichová M., Chrobák L., Kovář J., Kraml P., Krátká K., Neubauerová J., Půtová I., Stránský J., Stříteský J.: Hemochromatóza. Grada Publishing, Praha 2010.
- Souci S. W., Fachmann W., Kraut H.: Food Composition and Nutrition Tables, 6. vyd. Medpharm Scientific Publishers Stuttgart, CRC Press, London 2000.
- ČSN ISO 7528: Slitiny niklu. Stanovení železa. Titrační metoda s dichromanem draselným.
- ČSN ISO 2597: Železné rudy. Stanovení železa titrační metodou.
- ČSN ISO 6332: Jakost vod. Stanovení železa. Fotometrická metoda s 1,10-fenantrolinem.
- ČSN EN 14082: Potraviny – Stanovení stopových prvků – Stanovení olova, kadmia, zinku, mědi, železa a chrómu atomovou absorpční spektrometrií (AAS) po zpopelnění.
- ČSN EN 14084: Potraviny – Stanovení stopových prvků – Stanovení olova, kadmia, zinku, mědi a železa atomovou absorpční spektrometrií (AAS) po mikrovlnném rozkladu.
- ČSN ISO 9526: Ovoce, zelenina a výrobky z nich. Stanovení obsahu železa atomovou absorpční spektrometrií s elektrotermickou atomizací.
- ČSN ISO 8294: Živočišné a rostlinné tuky a oleje – Stanovení obsahu mědi, železa a niklu – Metoda elektrotermické atomové absorpční spektrometrie.
- Tan S. H., Horlick G.: Appl. Spectrosc. 40, 445 (1986).
- Vanhoe H., Goossens J., Moens L., Dams R.: J. Anal. At. Spectrom. 9, 177 (1994).
- Olesik J. W., Jones D. R.: J. Anal. At. Spectrom. 21, 141 (2006).
- Pick D., Leiterer M., Einax J. W.: Microchem. J. 95, 315 (2010).
- Tanner S. D., Baranov V. I., Bandura D. R.: Spectrochim. Acta, Part B 57, 1361 (2002).
- Kaňa A., Mestek O.: Chem. Listy 105, 212 (2011).
- Bandura D. R., Baranov V. I., Tanner S. D.: J. Am. Soc. Mass Spectrom. 13, 1176 (2002).
- Funk W., Dammann V., Donnevert G., Iannelli S.: Quality Assurance in Analytical Chemistry: Applications in Environmental, Food, and Materials Analysis, Biotechnology, and Medical Engineering, 2. vyd. Wiley-VCH, Weinheim 2007.

### A. Kaňa and O. Mestek (Department of Analytical Chemistry, Institute of Chemical Technology, Prague): Determination of Iron in Biological Materials by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS)

Determination of iron by the title method is complicated by spectral interferences of polyatomic ions, in particular  $\text{ArO}^+$  and  $\text{CaO}^+$ . This work was focused on the possibility of reducing the interference using a dynamic reaction cell (DRC). The cell was pressurized with He (collision gas) and methane (reaction gas). Settings of DRC were optimized to achieve maximal efficiency of elimination of interferences. The determination of  $^{56}\text{Fe}$  and  $^{57}\text{Fe}$  was tested and the limit of detection and linearity of calibration curves were determined. The accuracy of the method was verified by analysis of a certified reference material.