

Atomic Absorption

作者

Lee Davidowski, Ph.D.

Lorraine Foglio

PerkinElmer, Inc.
Shelton, CT 06484 USA

火焰原子吸收测定 复合维生素片中 各项矿物元素

摘要

目前市场有多种矿物质补充剂供应, 以确保个人饮食中不会产生矿物质缺乏。质检过程中必须对这些产品当中的矿物质含量进行验证。此外, 1990年营养成分标注及教育法案要求所有美国在售食品补充剂必须进行精确标注, 这意味着对这些产品准确测定是强制性的。在很多实验室中, 这项任务是由火焰原子吸收技术 (FAAS) 来完成。FAAS的优点在于初期投入较少, 每个样品成本较低, 并且相比较其他痕量元素检测技术来说对于操作人员需要的培训更少。本文的目的主要是展示PerkinElmer® PinAAcle™ 900T火焰原子吸收仪器在这项检测任务中强大的适用性。本文选定了两种复合维生素片商品、一项NIST® 标准参考物质及一项模拟混合食品参考物质, 测定了其中7中元素含量。

实验部分

仪器介绍

使用仪器为PinAAcle 900T火焰及纵向塞曼石墨炉原子吸收光谱仪,由Microsoft® Windows® 7操作系统下运行WinLab32™ AA软件控制(PerkinElmer, Inc., Shelton, CT)。本方法使用带扰流器的高灵敏度雾化器(货号N3160112)及Lumina™单元素空心阴极灯,各元素仪器分析条件见下表1。所有分析元素选定4s积分时间,重复测定3次。



Figure 1. PinAAcle 900T atomic absorption spectrometer.

样品及标准准备

使用NIST® SRM 3280复合维生素片和两种复合维生素片商品,经过粗制研磨。称样0.75g,冲洗入1000ml烧瓶中,瓶内装有20mL去离子水($>16\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$)。加入4mL HCl(优级纯)、2mL HNO₃(优级纯),并放入一个磁性搅拌石。样品消解过程搅拌大约1小时,在电热板上在不煮沸的情况下微加热。移出磁性搅拌石,加入去离子水定容。消解后的溶液经Whatman® 46滤纸($<8\mu\text{m}$)过滤,滤除可能覆盖在片剂表面的蜡状不溶物。滤液经适当稀释后进行分析,采用单元素标准溶液(PerkinElmer纯度)进行元素定量。使用A有证参考物质混合食物(高纯标准物质, Charleston, SC)遵照厂商说明溶解,制备至各元素相近浓度。

所有药片每片均含有2mg/片Si,大都未溶解。为确切测量其中Si含量,使用HF和塑料容量瓶进一步溶解。

对于Ca和Mg测定,所有标准溶液、空白及样品中需要加入0.2% La(NO₃)₂(试剂纯)以消除基体元素中的化学干扰。K的测定,需在所有测试溶液中加入0.2% CsCl(试剂纯)以控制电离效应。

结果

所有元素标准曲线都符合要求。FAAS测定复合维生素/复合矿物质药片分析结果见表2。其结果通过实验室样品消解及稀释步骤校正。采购的药片测试结果经计算以mg/片的单位报告。NIST® 3280的测试结果均在其验证允许范围之内。两种采购药片的分析结果都与生厂商验证的标注结果相近。

表1. PinAAcle 900T仪器测试条件

参数	元素						
	Ca	Mg	K	Fe	Zn	Cu	Mn
波长(nm)	422.7	285.2	766.5	248.3	213.9	324.8	279.5
狭缝(nm)	0.7	0.7	0.7	0.2	0.7	0.7	0.2
空气流量(L/min)	10	10	10	10	10	8.7	10
乙炔流量(L/min)	2.5	2.5	2.5	2.2	2.5	2.0	2.5
浓度范围(mg/L)	5	1	4	4	1	4	2
HCL货号	N3050114	N3050144	N3050139	N3050126	N3050191	N3050121	N3050145
标准溶液货号	N9303763	N9300179	N9303779	N9303771	N9300178	N9300183	N9303783

表2. 采用FAAS对一个标准参考物质和两个复合维生素/复合矿物质商品测定的分析结果

元素	NIST® 3280(mg/g)			商品药片1 (mg/片)			商品药片2 (mg/片)		
	标准值	测试值	SD	标注值	测试值	SD	标注值	测试值	SD
Ca	110.7	107	0.8	162	163	0.6	200	211	0.6
Mg	67.8	69.1	0.2	100	107	0.4	100	109	0.4
K	53.1	53.8	0.3	80	83.8	0.4	80	90.7	0.4
Fe	12.35	12.9	0.05	18	19.1	0.08	n/a	0.23	0.006
Zn	10.15	10.1	0.02	15	15.5	0.04	15	15.2	0.03
Cu	1.4	1.42	0.01	2	2.19	0.01	2	2.04	0.01
Mn	1.44	1.48	0.01	2	1.91	0.01	2	2.04	0.01

采用FAAS法分析CRM高纯标准物质—混合食品, 结果见表3. 所有元素结果均在标准值误差5%范围内, 体现良好的一致性。

表3. PinAAcle 900T FAAS法分析CRM混合食品结果

元素	CRM-MFD(mg/L)		
	标准值	测试值	SD
Ca	40	39.8	0.2
Mg	12	11.8	0.03
K	160	159	0.005
Fe	0.8	0.802	0.005
Zn	0.3	0.290	0.001
Cu	0.06	0.061	0.001
Mn	0.2	0.191	0.003

结论

为控制膳食补充剂质量, 必须对复合维生素/复合矿物药片中矿物元素含量进行测定。不论是商品药物还是食品模拟样品, 均显示此方法PinAAcle 900T火焰原子吸收仪器能准确测量其中矿物元素含量。这套方法成本低廉、使用简便, 并且相对其他分析方法来说操作者的培训更加简单。PinAAcle 900H (火焰+氘灯石墨炉) 和PinAAcle 900F (单火焰) 光谱仪均适用于此应用。

珀金埃尔默企业管理(上海)有限公司
 地址: 上海 张江高科技园区 张衡路1670号
 邮编: 201203
 电话: 021-60645888
 传真: 021-60645999
www.perkinelmer.com.cn



要获取全球办事处的完整列表, 请访问<http://www.perkinelmer.com.cn/AboutUs/ContactUs/ContactUs>

版权所有 ©2014, PerkinElmer, Inc. 保留所有权利。PerkinElmer® 是PerkinElmer, Inc. 的注册商标。其它所有商标均为其各自持有者或所有者的财产。