

原子吸收

作者

Lee Davidowski, Ph.D.

Lorraine Foglio

PerkinElmer, Inc.

美国康乃狄克州谢尔顿06484

火焰原子吸收光谱法 测定复合矿物/ 复合维生素片剂中的 矿物质和金属元素

前言

为了防止饮食中缺乏矿物质，目前市场上有许多矿物膳食补充剂可供消费者选择。出于质量控制的目的，必须对这些产品的矿物质含量进行核实。此外，1990版的“营养标签和教育法”强制要求在美国境内销售的所有食品补充剂都必须准确标识，这就意味着需要对这些产品进行强制性的准确测定。许多实验室通过使用火焰原子吸收光谱法(FAAS)来完成

这项任务。与其他微量元素分析测试仪器相比，FAAS具有购机成本低、测试成本低，对实验操作人员培训少等优点。本研究的目的是使用PerkinElmer® PinAAcle™ 900T来完成对矿物膳食补充剂中矿物质和金属元素的测定，以证明FAAS对这类样品检测的适用性。本实验测定了两个市售复合矿物片剂样品中的7种元素、一个NIST®标准参考物质，以及一个模拟混合食物膳食的市售参考物质。

实验部分

仪器条件

本实验中所有的分析测试都使用PinAAcle 900T火焰和纵向塞曼石墨炉原子吸收光谱仪(美国康乃狄克州谢尔顿铂金埃尔默仪器有限公司),该仪器操作软件为原子吸收用WinLab32™软件,软件运行环境为Microsoft® Windows® 7。实验采用了一个带有密封衬圈的高灵敏度雾化器(Part No. N3160112)。光源采用Lumina™单元素空心阴极灯(HCLs)。各元素仪器操作条件详见表1。所有元素都重复测定3次,积分时间为4秒。



Figure 1. PinAAcle 900T atomic absorption spectrometer.

样品和标准溶液制备

将一个NIST® SRM 3280复合维生素/复合矿物质片和2个非处方复合维生素/复合矿物质片样品进行粗磨。称取0.75g样品,用约20mL ASTM®I类去离子水(>16MΩ • cm)将样品冲洗到1000mL容量瓶中。然后向容量瓶中分别加入4mL HCl(微量金属级)、2mL HNO₃(微量金属级)和一个磁力搅拌棒。将配制的样品消解溶液置于电热板上

搅拌一个小时,保持溶液处于温热状态,防止沸腾。反应1小时后取出磁力搅拌棒,去离子水定容至刻度。然后用Whatman® 46滤纸(小于8微米的物质通过)对消解溶液进行过滤,以除去溶液中的蜡质不溶物质(可能来自片剂外层)。过滤完成后,将滤液适当稀释,用单元素标准(PerkinElmer Pure)水溶液进行定量分析。按照生产商的说明将一个有证参考物质-混合食品膳食(CRM-MFD)(High Purity Standards,南卡罗来纳州查尔斯顿)根据每个元素的浓度进行溶解。

由于所有片剂都含有大约2mg的硅,而且大部分的硅都不能被溶解,因此在测定硅含量时为了测定结果的准确,在溶解时需要加入HF(微量金属级),容量瓶也应换成塑料材质。

测定钙和镁时,所有标准溶液、空白溶液和样品中都加入0.2%的La(NO₃)₂(试剂级),以消除基体中其他元素的化学干扰。测定钾时,在所有待测溶液中加入0.2%CsCl(试剂级)作为电离缓冲液。

结果

实验结果显示,所有元素都具有可接受的校准要求。FAAS对复合维生素/复合矿物质的分析结果见表2。表中所列数值为检测值乘以样品溶解和稀释倍数后得到的样品终值。市售片剂结果计算和报告的单位均采用mg/片,主要是考虑与商品标签上标注的单位一致。NIST® 3280片剂的检测结果显示,所有元素的检测结果都在推荐值范围内;两个市售片剂样本的结果与生产商标称的含量具有极好的一致性。

表1. PinAAcle 900T仪器参数

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
狭缝宽度(nm)	0.7	0.7	0.7	0.2	0.7	0.7	0.2
助燃气流量(L/min)	10	10	10	10	10	8.7	10
C ₂ H ₂ 流量(L/min)	2.5	2.5	2.5	2.2	2.5	2.0	2.5
工作范围(mg/L)	5	1	4	4	1	4	2
空性阴极灯货号	N3050114	N3050144	N3050139	N3050126	N3050191	N3050121	N3050145
标准溶液货号	N9303763	N9300179	N9303779	N9303771	N9300178	N9300183	N9303783

表2. 有证标准物质和两个市售样品的最终检测结果

元素	NIST® 3280 (mg/g)			市售片剂 1(mg/Tab)			市售片剂2(mg/Tab)		
	推荐值	检出值	SD	标称值	检出值	SD	标称值	检出值	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

FAAS分析有证参考物质-混合食物膳食 (High Purity Standards出品) 的结果列于表3。结果显示, 所有元素的检测结果与参考物质的推荐值具有极好的一致性, 全部结果与推荐值相差都不超过5%。

表3. 使用水标准溶液和PinAAcle 900T火焰原子吸收光谱法测定有证参考物质-混合食物膳食的结果

元素	CRM-MFD(mg/L)		
	推荐值	检测值	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

为了保证市售膳食补充剂的质量, 必须要对复合维生素/复合矿物质片剂的矿物含量进行测定。本方法证明了PinAAcle 900T火焰原子吸收系统对市售的片剂和模拟饮食中的矿物质都能进行准确测定。这是一种有效的方法, 具有较好的成本效益, 而且方便易用, 与其他分析方法相比, 不需要对实验操作人员进行过多的培训。PinAAcle 900H (火焰和氘炉) 和PinAAcle 900F (只有火焰) 光谱仪也能满足这样的应用要求。

PerkinElmer, Inc.

珀金埃尔默仪器 (上海) 有限公司
地址: 上海张江高科园区李冰路67弄4号
邮编: 201203
电话: 800 820 5046 或 021-38769510
传真: 021-50791316
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 ©2012, 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。