

iCAP 7000 Series ICP-OES测定奶粉中钾钙钠镁磷

张志杨, 王飞, 荆淼, 赛默飞世尔科技(中国)有限公司

关键词:

iCAP 7000 ICP-OES, 奶粉, GB 5009.268-2016

摘要

本文采用Thermo Scientific iCAP 7000 Series ICP -OES, 根据GB 5009.268-2016《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》的方法, 对奶粉中的钾钙钠镁磷5种元素实现了准确测定, 实验中对钾钙钠镁采用径向观测, 对磷采用轴向观测, 从而实现了高含量元素的一次性准确测定。

1. 引言

奶粉是以新鲜牛奶或羊奶为原料, 用冷冻或加热的方法, 除去乳中几乎全部的水分, 干燥后添加适量的维生素、矿物质等加工而成的冲调食品。奶粉容易冲调, 方便携带, 营养丰富, 从而可以满足婴幼儿, 青少年, 中老年, 孕妇等人群的营养需求。针对不同的需求人群, 奶粉的营养成分是有差别的, 而矿物质又是人体构成不可缺少的物质, 而且这种营养元素并不能够直接在人体当中生成, 只能通过食物和水来获取, 缺乏或是过量都会给身体带来不利的影响。随着检测技术的不断发展, 食品检测标准也在不断更新, 最新标准GB5009.268-2016《食品安全国家标准食品中多元素的测定》是对过去多个食品标准的整合和优化, 它将更为先进的电感耦合等离子体发射技术(ICP-OES)和电感耦合等离子体质谱技术(ICP-MS)作为主要的检测手段, 该标准已于2017年6月23日正式实施。其中ICP-OES可以检测Al, B, Ba, Ca, Cu, Fe, K, Mg, Mn, Na, Ni, P, Sr, Ti, V, Zn等16种元素, 可实现多元素同时分析, 大大提高了分析效率。

本文采用iCAP 7000 Duo ICP-OES, 选用高含量钾钙钠镁磷的奶粉作为分析对象, 对GB 5009.268-2016标准规定方法中的钾钙钠镁磷元素进行测定, 对ICP-OES方法的适用性、检出限、线性、准确度进行验证。

2. 实验部分

2.1 实验设备

2.1.1 iCAP 7600 Duo ICP-OES

2.1.2 微波消解仪 (MILESTONE)

2.1.3 控温电热板 (LabTech)

2.2 试剂及标准物质

2.2.1 硝酸 (Trace Metal Grade, Fisher)

2.2.2

钾元素标准溶液 (1000ug/mL有色金属研究院);

钙元素标准溶液 (1000ug/mL有色金属研究院);

钠元素标准溶液 (1000ug/mL有色金属研究院);

镁元素标准溶液 (1000ug/mL有色金属研究院);

磷元素标准溶液 (1000ug/mL有色金属研究院);

2.2.3 脱脂奶粉中必需营养和微量元素标准物质 ERM-BD151

2.3 仪器参数

表1. ICP-OES 仪器参数

仪器条件	设置条件
泵速	50 rpm
雾化器	石英同心雾化器
载气流量	0.5 L/min
雾化室	高效旋流雾化室
矩管中心管	2.0 mm
观测方式	水平/垂直
RF功率	1150 W
积分时间	10 s
重复次数	3

2.4 标准溶液制备

配制浓度为0mg/L、5mg/L (P:2.5mg/L)、10mg/L (P:5mg/L)、20mg/L (P:10mg/L)、40mg/L (P:20mg/L)、80mg/L (P:40mg/L)的2%硝酸的K、Ca、Na、Mg、P混合标准系列溶液。

2.5 样品前处理

准确称取奶粉0.25g (精确至0.001g)于聚四氟乙烯微波消解罐中,加入10mL硝酸进行微波消解(参考国标),微波消解完全后将消解罐放置于赶酸仪上150 赶酸至小于1mL,冷却,用水定容至50mL,摇匀,待测。平行处理两份,并按同法制备试剂空白。

准确量取一定体积的5种元素标液做样品加标,方法同上。

3. 实验结果与讨论

3.1 标准曲线

实验采用外标标准曲线法,根据设置的仪器参数条件,进行标准曲线的测量,各元素标准曲线信息如下:

表2. 各元素标准曲线

元素	波长 (nm)	拟合系数	观测方式
K	766.4	0.9995	垂直
Ca	315.8	0.9998	垂直
Na	589.5	0.9993	垂直
Mg	279.5	0.9993	垂直
P	177.4	0.9998	水平

3.2 测量结果

3.2.1 分析元素的方法检出限及方法定量限

试样空白连续11次测量的3倍标准偏差乘稀释倍数做为该条件下的方法检出限,方法定量限为11次试样空白的10倍标准偏差乘稀释倍数200(0.25g->50mL):

表3 分析元素方法检出限与方法定量限

元素	波长 (nm)	检出限 (mg/L)	定量限 (mg/kg)
K	766.4	20	67
Ca	315.8	4	13
Na	589.5	6	20
Mg	279.5	0.4	1.3
P	177.4	0.4	1.3

注:方法检出限与试样空白溶液中各元素的空白值相关,不代表仪器检出限性能

3.2.2 样品测试结果

实验选取奶粉标准物质进行了测量,其实际测量值、标准推荐值和加标回收率如表4所示。标准物质的5种元素测量值都在标准值范围内,加标回收率也在95.2%-106.0%之间。由此可见,Thermo Scientific iCAP 7000 Duo ICP-OES可对奶粉中高含量的多元素进行一次性快速、准确的测量。

表4 样品测试结果

元素	单位	测定值	标准值	加标回收率
K	g/kg	16.38	16.2-17.8	95.2%
Ca	g/kg	13.25	13.2-14.6	104.8%
Na	g/kg	4.20	3.96-4.42	100.3%
Mg	g/kg	1.30	1.19-1.33	105.0%
P	g/kg	10.52	10.4-11.6	106.0%

4. 结论

使用的Thermo Scientific iCAP 7000 ICP-OES,具有优异光学系统结构设计,可用光谱级次范围高达200次,有效解决了复杂基体光谱背景的干扰。同时,水平矩管双向观测设计,不但使得水平观测具有较高的灵敏度优势,而且使得垂直观测可用于测定样品中高浓度元素,以确保样品测试的准确性。通过优化仪器参数条件、选择合适的观测方式、选择合理的分析谱线、优化背景扣除和数据积分像素点位置,采取标准曲线法的测量方式,可以很好的满足奶粉样品中高含量营养元素的检测需求。



赛默飞
官方微信

热线 800 810 5118
电话 400 650 5118
www.thermofisher.com

ThermoFisher
SCIENTIFIC