

# ICP-OES测定膳食补充剂中多种金属元素

Authors:  
Lee J. Davidowski, Ph.D.

PerkinElmer Life and  
Analytical Sciences  
710 Bridgeport Avenue



## 前言

目前市场上可以购买到很多种类的膳食补充剂以确保不会产生由于一个人的饮食习惯所导致的营养矿物缺乏，在这些产品中基于产品质量控制的目的必须对所含矿物质的含量进行确认。此外，1990年通过的食品营养标示及教育法案明确规定了在美国境内销售的所有食品补充剂必有有准确的标示，这就意味着这类产品的准确测量是强制性的。在此使用电感耦合等离子体发射光谱（ICP-OES）的方法快速分析多种维生素/多种矿物膳食补充剂片剂中的15种元素含量。检测的浓度范围从含量为5微克/片的镍到高达200毫克/片的钙。

ICP-OES的技术能适合于这样的分析得益于采用了双向观测技术的采用，在具有双向观测功能的仪器中，提供了非常宽的动态范围和非常低的检出限，这使得在一次进样分析中便可完成对所有浓度高低不等的元素进行分析检测，而无需进行一系列的样品稀释，因而可减少样品制品和分析测试的时间并将样品污染的肯能风险降至最低。

## 实验

### 样品制备

取一片多种维生素/多种矿物膳食补充剂片剂，直接放入一个500ml的干净容量瓶中，加入50ml的一类去离子水，再加入2ml HCl 和1ml HNO<sub>3</sub>。几分钟后，该片剂将充分地破裂并分离开来；向容量瓶中放入一个磁性搅拌棒，并用去离子水定容。

将容量瓶放置在搅拌器上搅拌，搅拌约1小时后取下，用Whatman 46的滤纸（通过<8微米）过滤容量瓶中的消解溶液以去除不溶解的大颗粒物质，推测其来源可能是片剂的涂层料。这些片剂中还包含了2mg左右的硅，它们大多并不溶解在这样的体系中。要准确测定样品中硅含量，需要使用氢氟酸和塑料容量瓶来进行消解。滤液直接用适当元素浓度的水标准溶液进行分析。

混合多元素标准溶液和元素间校正（IEC）标准溶液由PerkinElmer公司提供的ICP级别纯单标溶液（NIST-traceable）混合而成。

由美国生产的水过滤器提供了电导率接近于18 MΩ/cm的去离子水系统，能可靠地提供满足ASTM I类水质要求的去离子水，而I型水是稀释样品和制备标准溶液必不可少的。

体系中所有使用的酸均为光谱级酸（Fisher Scientific）。

### 仪器

PerkinElmer公司Optima™ 4300 DV，双向观测，配置AS-93型自动进样器，使用WinLab32软件进行分析。

仪器操作参数详细列于表1. 每个元素的检测谱线，背景校正以及观测模式列于表2。

每个元素的分析谱线为观察到不受任何明显的光谱重叠干扰的谱线，并对所有选择的元素谱线采用离线背景校正以避免任何明显的光谱特征。对于一些浓度很低的元素（Se, Sn, V和Ni）采用元素间校正（IEC）方式进行校正，其主要干扰元素定义为钙，磷，镁和铁，以它们来构成IEC系数表。

表1. 仪器操作条件和参数

参数	设置
雾化器	Bergener PEEK MiraMist
雾化室	同心漩流雾化室
RF 功率	1300 W
喷射管	2.0 mm i. d. 刚玉
雾化气流速	0.75 L/min
样品提升速度	1.80 mL/min
自动积分	5 - 20 seconds (Min-
数据处理模式	峰面积
读数延迟时间	50 seconds
冲洗延迟时间	25 seconds
重复次数	3

表2. 波长，测量参数以及各元素标准溶液

元素	波长 (nm)	点/峰值	观测模式	标准溶液 (mg/L)
钙	317.93	3	径向	400
磷	213.61	3	径向	200
镁	285.21	3	径向	200
钾	766.49	3	径向	200
铁	259.93	3	径向	40
锌	206.20	3	径向	40
铜	327.39	3	径向	5
锰	257.61	3	径向	5
硼	249.67	1	轴向	0
铬	267.71	1	轴向	0
钼	202.03	1	轴向	0
硒	196.02	1	轴向	0

## 结果

对于轴向观测模式检测的元素在分析中采用了内标进行校正。为了在检测溶液中加入相同含量的内标元素，在样品消解溶液过滤之后向其中加入2 mg/L的钇。内标元素选择为钇是因为在ICP中它是一个灵敏元素，在样品中不作为要求分析的元素，并且具有很简单的并不影响其他元素的光谱，还有就是在样品中并不明显存在。当然，在所有的标准溶液和空白中都需要含有2 mg/L的钇作为内标。在轴向观测的检测中各元素的测定结果将根据在样品中检测到的钇的“回收”信号强度与校准空白中钇的信号强度的比值进行修正，从而通过这种方式校正了由于样品中大量存在的常规元素比如钙和磷所引起的基体效应带来的干扰。

表3给出了两种不同配方膳食补充片剂的检测结果，根据样品前处理的步骤并将其最后的结果中以各元素重量每片的浓度单位进行报告。表3还列举了片剂中各检测元素所对应的标签标示值，该表只以两种不同品牌的片剂作为例子，但该方法可以适用于其他品牌的膳食补充片剂。

表3. ICP-OES样品检测结果与标签标示值

元素	检测值1	标示值1	检测值2	标示值2	单位
钙	166.2	1	99.3	100	mg/片
磷	109.3	1	49.6	48	mg/片
镁	107.2	1	101.	100	mg/片
钾	85.04	8	42.3	40	mg/片
铁	18.69	1	7.4	9	mg/片
锌	15.98	1	16.5	15	mg/片
铜	2.09	2	1.9	2	mg/片
锰	2.16	2	2.4	2.5	mg/片
硼	148	1	17	150	μg/片
铬	136	1	83.	100	μg/片
钼	77	7	32	25	μg/片
硒	25	2	18	20	μg/片
锡	12	1	-	-	μg/片
钒	11.5	1	13.	10	μg/片
镍	5.5	5	3.	5	μg/片

## 结论

以上的数据清楚的表明了ICP-OES方法在检测的效率以及产率上都明显优于其他的分析技术比如原子吸收分析法和重量分析法，ICP-OES能测量整个广泛的浓度范围，从而使得传统的单一元素分析转变为更有效的多元素同时分析，即使是自动进样器采用了较长的读数延迟时间，每个样品的分析时间也只需要大约3分钟。仪器直接快速地打印出每片剂的各元素含量或剂量以满足各制造环节的QC要求。此方法可以使用在具有同时多元素测量能力以及具有双向观测模式的Optima 4300系列（或者5300系列）仪器上。今后的工作是对硅和碘的测定，这可能需要不同的样品制备，以及测量重金属污染物。

**PerkinElmer Life and Analytical Sciences**  
 710 Bridgeport Avenue  
 Shelton, CT 06484-4794 USA  
 Phone: (800) 762-4000 or  
 (+1) 203-925-4602  
[www.perkinelmer.com](http://www.perkinelmer.com)



For a complete listing of our global offices, visit [www.perkinelmer.com/lasoffices](http://www.perkinelmer.com/lasoffices)

©2005 PerkinElmer, Inc. All rights reserved. The PerkinElmer logo and design are registered trademarks of PerkinElmer, Inc. Optima is a trademark and PerkinElmer is a registered trademark of PerkinElmer, Inc. or its subsidiaries, in the United States and other countries. All other trademarks not owned by PerkinElmer, Inc. or its subsidiaries that are depicted herein are the property of their respective owners. PerkinElmer reserves the right to change this document at any time without notice and disclaims liability for editorial, pictorial or typographical errors.

The data presented in this Field Application Report are not guaranteed. Actual performance and results are dependent upon the exact methodology used and laboratory conditions. This data should only be used to demonstrate the applicability of an instrument for a particular analysis and is not intended to serve as a guarantee of performance.