

微波消解 ICP-AES 法测定保健品中的微量元素

ICP-026

摘要: 采用微波消解处理黄金搭档保健品, 使用 ICP-AES 进行测定, 研究了黄金搭档保健品中四种微量元素的含量。实验结果表明, 各元素线性关系及重复性良好, 定量准确, 回收率在 95.1% ~ 99.4% 之间, ICP-AES 测定保健品中铁、锌、钙和镁的含量, 具有快速、高效优点, 完全能满足测定要求。

关键词: 黄金搭档 微量元素 保健品

随着社会进步和经济发展, 人类对自身的健康日益关注。20 世纪 90 年代以来, 全球居民的健康保健消费逐年攀升, 对营养保健品的需求十分旺盛。铁是合成血红蛋白的主要原料之一。血红蛋白的主要功能是把新鲜氧气运送到各组织。铁缺乏时不能合成足够的血红蛋白, 造成缺铁性贫血。锌是人类必需营养素, 它参与婴幼儿的正常生长发育, 维持人类健康, 因此, 预防锌缺乏是非常重要的。钙是人体所不可或缺的营养素之一, 每天摄入钙量足够, 才能维持人体正常的新陈代谢, 增强人体对生活环境的适应力。镁元素对于骨骼的物理结构有很大帮助, 如果血液中的镁元素缺乏, 引起的较为常见的症状是低血钙、抑制甲状旁腺素作用、抑制维生素 D 的作用, 这些都会导致骨质流失的增加。保健食品虽然不同于药品, 但也有具体的含量, 如果分量不够, 我们吃的保健品不过就是精神安慰剂。因此, 铁锌镁钙量作为保健品的重要评价指标之一, 故检测保健品中的有益元素的含量显得十分有必要。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿均用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后, 用去离子水冲洗, 干燥备用; 实验所用 HNO₃ 试剂优级纯试剂, 实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

称取 0.6074 g 保健品于聚四氟乙烯消解罐中, 加入 5 mL 硝酸, 静置过夜, 放入微波消解仪中, 15 min 室温升至 200°C, 在 200°C 保持 10 min, 冷却至 30°C 时取出消解罐, 转移溶液至 25 mL 容量瓶中, 用超纯水定容。

结果与讨论

2.1 仪器参数和分析线的选择

根据表 1 制备 Ca、Fe、Mg 和 Zn 的混合标准溶液, 含 1% 硝酸。

表 1 不同元素标准曲线浓度

元素	浓度 (mg/L)			
Ca	0	8	40	200
Fe	0	0.4	2	10
Mg	0	0.2	1	5
Zn	0	0.4	2	10

仪器稳定后, 按表 2 仪器工作条件, 标准曲线法计算结果。

表 2 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	矩管类型	雾化室	辅助气流速 (L/min)	等离子气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频输出功率 (kW)
轴向/纵向	同心	Mini	旋流	0.6	10	0.7	27.12	1.2

2.2 标准曲线

各元素的标准曲线如下：

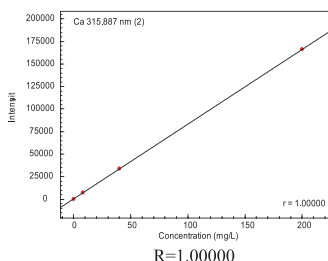


图 1 钙的标准曲线

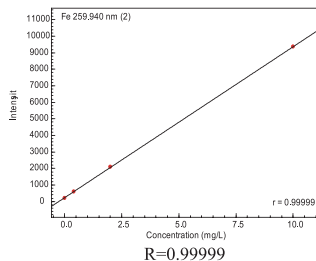


图 2 铁的标准曲线

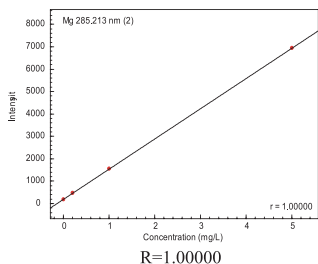


图 3 镁的标准曲线

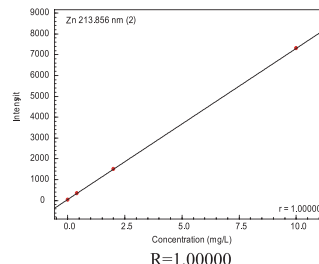


图 4 锌的标准曲线

2.3 方法的检出限与精密度 (RSD)

对空白标准溶液的分析元素进行 10 次测定，取 3 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限，其结果见表 3。

表 3 检出限及精密度

元素名称	Ca	Fe	Zn	Mg
检出限 (mg/L)	0.02	0.002	0.002	0.002
RSD(%)	0.98	0.30	0.44	1.07

2.4 测定结果及回收率

按实验方法对送检样品进行分析，分析结果见表 4，并进行了加标回收率实验，其结果见表 5。

表 4 保健品样品分析结果

元素	测定值 (mg/g)	RSD (%)
Ca	206.62	0.38
Fe	5.89	0.71
Zn	3.98	0.50
Mg	1.85	0.75

表 5 保健品样品回收试验结果

元素名称	Ca	Fe	Zn	Mg
添加前 (mg/g)	206.62	5.89	3.98	1.85
添加量 (mg/g)	205.80	2.08	0.82	0.41
添加后 (mg/g)	411.21	7.90	4.77	2.24
回收率 (%)	99.4	96.6	96.3	95.1

结论

采用微波消解处理黄金搭档保健品，使用 ICP-AES 进行测定，研究了黄金搭档保健品中铁锌钙镁的含量。实验结果表明，所测元素线性关系及重复性良好，定量准确，回收率在 95.1%~99.4% 之间，ICP-AES 测定保健品中铁、锌、钙和镁的含量，具有快速、高效等优点，完全能满足测定要求。