Анализ сухого молока на основе Китайской стандартной методики с помощью ИСП-ОЭС Agilent 5100 SVDV

Методическая информация

Анализ пищевых продуктов

Автор

Нели Дрводелич (Neli Drvodelic)

Agilent Technologies
Мельбурн, Австралия



Введение

Элементный состав молока является хорошим показателем загрязнения окружающей среды. Молоко является источником необходимых для человека питательных веществ, но вместе с ним в организм попадают и токсичные металлы [1]. В связи с этим, были разработаны стандартные методики и руководства по отслеживанию элементного состава молока и молочных продуктов. Например, национальный стандарт Китая по безопасности пищевых продуктов, GB 5413.21—2010, распространяется на определение кальция, железа, цинка, натрия, калия, магния, меди и марганца в продуктах питания для младенцев и маленьких детей, а также в сыром молоке и молочных продуктах.

Agilent Technologies

Многие из основных питательных элементов в сухом молоке, такие как Na, K и Ca, присутствуют в высоких концентрациях. Некоторые токсичные элементы необходимо определять в малых концентрациях, а это значит, что чувствительность прибора имеет первостепенное значение. Это обуславливает тенденцию использовать для анализа приборы ИСП-ОЭС с аксиальным обзором плазмы, которые позволяют достичь низких пределов количественного определения в отношении токсичных элементов. Однако также необходимо иметь в виду способы измерения питательных элементов, присутствующих в более высоких концентрациях. В предыдущих исследованиях [2, 3] было показано, что добавление цезия (Cs) в стандартные образцы и пробы в качестве внутреннего стандарта и подавителя ионизации благоприятствовало измерению высоких концентраций таких элементов, как Na и K. Альтернативным способом, позволяющим охватить такой большой диапазон измерений, является измерение следовых количеств элементов с аксиальным обзором плазмы, а питательных элементов — с радиальным, используя приборы ИСП-ОЭС с двойным обзором плазмы. Однако для определения всех элементов с помощью традиционных приборов с двойным обзором требуется провести два или более последовательных измерений пробы.

В данном исследовании прибор ИСП-ОЭС Agilent 5100 SVDV, оснащенный дихроичным спектральным сумматором (DSC), использовался для одновременного измерения с аксиальным и радиальным обзором. Элементы, присутствующие в пробе в больших количествах, такие как Na и K, были измерены с радиальным обзором плазмы, в то время как следовые элементы — с аксиальным [4]. Это повышает верхнюю границу диапазона измерений, снижает интерференции для питательных элементов, таких как Na и K, и в то же время позволяет определить следовые количества элементов, таких как Zn, Cu и Mn, быстро и с низким расходом аргона на одну пробу, а также получить точные и воспроизводимые данные и превосходный линейный динамический диапазон (LDR).

Эксперимент проводили в соответствии с Китайской стандартной методикой GB 5413.21—2010, а точность и валидность метода оценивали путем анализа стандартного образца № 8435 цельного сухого молока Национального института стандартов и технологий США (NIST).

Оборудование

Все измерения проводили с помощью прибора ИСП-ОЭС Agilent 5100 SVDV, оборудованного дихроичным спектральным сумматором (DSC), который позволяет проводить анализ одновременно с аксиальным и радиальным обзором плазмы. При необходимости ИСП-ОЭС 5100 SVDV может работать в четырех различных режимах: синхронизированный вертикальный двойной обзор, вертикальный двойной обзор, радиальный и аксиальный обзор. Все конфигурации прибора Agilent 5100 оснащены надежной вертикальной горелкой и автономно работающим твердотельным РЧ-генератором (27 МГц), которые позволяют анализировать самые сложные объекты, в том числе пробы продуктов питания с высоким содержанием матрицы. При этом сокращается простой прибора и потребности в его чистке и заменах горелки.

Система ввода проб состояла из распылителя Seaspray, двухпроходной стеклянной камеры распыления циклонного типа и стандартной горелки с инжектором 1,8 мм. Пробы подавались в прибор посредством автосамплера SPS 3. В качестве внутреннего стандарта использовали иттрий, который добавляли к пробе через тройник.

В таблице 1 приведены рабочие параметры прибора.

Таблица 1. Рабочие параметры ИСП-ОЭС Agilent 5100 SVDV

Параметры	Заданные значения
Время считывания (с)	10
Число повторов	3
Задержка при вводе пробы (с)	20
Время стабилизации (с)	15
Время промывки (с)	30
Скорость насоса (об/мин)	15
Ускоренный режим насоса (об/мин)	80
Мощность РЧ-генератора (кВт)	1,3
Вспомогательный газ (л/мин)	1,0
Газ в плазму (л/мин)	12
Газ в распылитель (л/мин)	0,7
Высота обзора (мм)	6
Трубки для подачи пробы	White-white
Трубки для подачи внутреннего стандарта	Orange-green
Внутренний стандарт	Y 371,029 — для всех элементов

Экспериментальная часть

Подготовка проб и стандартов

В данном исследовании в качестве пробы использовали стандартный образец цельного сухого молока NIST № 8435. К стандартному образцу сухого молока (приблизительно 1,0 г) добавили концентрированную HNO_3 (7 мл) и 30% раствор H_2O_2 (1 мл), а затем провели разложение образца в лабораторной микроволновой печи. Хотя в методике GB 5413.21—2010 описывается процедура пробоподготовки путем озоления/расщепления, микроволновое разложение также допустимо. После приготовления растворов им дали остыть, а затем довели до нужного объема в мерной колбе емкостью 25 мл. Конечная концентрация кислоты составила приблизительно 20% об. HNO_3, а окончательное разбавление проводилось в пропорции 1:25.

Многоэлементные калибровочные стандартные растворы готовили из одноэлементных базовых растворов в соответствии с методикой GB. Стандартные рабочие растворы с различными концентрациями разных элементов готовили в соответствии с данными, указанными в таблице 2. Диапазон калибровки для Na, K, Mg и Ca был расширен, что подчеркивает широкий линейный динамический диапазон (LDR) прибора ИСП-ОЭС Agilent 5100 с синхронизированным вертикальным двойным обзором. Методика GB допускает ручное разведение проб с концентрацией, выходящей за пределы диапазона калибровки, но благодаря превосходному линейному динамическому диапазону прибора ИСП-ОЭС Agilent 5100 SVDV этого не потребовалось.

Результаты и обсуждение

Пределы обнаружения метода (MDL) были определены на основе правила трех сигм: по трем среднеквадратичным отклонениям десяти повторных измерений холостого раствора, проведенных в течение одного цикла анализа. Как видно из таблицы 3, полученные с помощью прибора ИСП-ОЭС Agilent 5100 SVDV значения MDL ниже предусмотренных методикой GB.

Таблица 3. Пределы обнаружения метода, полученные в соответствии с указаниями GB 5413.21—2010 Все MDL были определены в рамках одного измерения с одинаковыми параметрами.

Элемент	MDL (мг/кг)	MDL (мг/100г)	Предел обнаружения в методике GB (мг/100г)
K, 766,491 нм	1,74	0,17	0,7
Ca, 315,887 нм	0,10	0,01	0,7
P, 213,618 нм	0,17	0,02	Не прим.
Na, 589,592 нм	0,08	0,01	1,6
S, 181,972 нм	1,11	0,11	Не прим.
Mg, 279,078 нм	0,08	0,01	0,2
Zn, 202,548 нм	0,006	0,0006	0,002
Sr, 421,552 нм	0,0005	0,00005	Не прим.
Fe, 259,940 нм	0,01	0,001	0,003
Cu, 327,395 нм	0,01	0,001	0,002
Mo, 204,598 нм	0,03	0,003	Не прим.
Mn, 257,610 нм	0,003	0,0003	0,005

Таблица 2. Состав и концентрация элементов в составных растворах стандартов, мкг/мл

Калибровочные стандарты	Fe	Mn	Cu	Mo	Sr	Mg	Zn	P	S	Ca	K	Na
	Концентрация (мкг/мл)											
1	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	1	1	1	1	10	10	1
2	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	5	5	10	10	50	50	10
3	1	1	1	1	1	10	10	100	100	100	100	20
4	5	5	5	5	5	25	25	200	200	250	250	50
5						50	50	500	500	500	500	100
6										750	750	150
7												200

Концентрации элементов, определенных в стандартном образце сухого молока, были воспроизведены с точностью от 92% до 107% от эталонных значений, что говорит о высокой точности метода. Результаты, приведенные в таблице 4, также демонстрируют возможность прибора ИСП-ОЭС Agilent 5100 SVDV проводить анализ в широком динамическом диапазоне, поскольку в ходе одного измерения удалось определить элементы на уровне от сотых до миллиардных долей.

Хотя Китайская методика GB в настоящее время распространяется на определение восьми элементов (Ca, Fe, Zn, Na, K, Mg, Cu и Mn), также были получены результаты по P, S, Sr и Mo в стандартном образце, поскольку эти элементы также могут быть важны при анализе сухого молока в других странах и регионах.

Таблица 4. Анализ стандартного образца сухого молока NIST № 8435 с использованием прибора ИСП-ОЭС Agilent 5100 SVDV

Элемент	Сертифицированное значение (мг/кг)	Измеренные значения (мг/кг)	% от сертифицированного значения
Основные питательные элементы			
K, 766,491 нм	1,363	1,307	96
Ca, 315,887 нм	0,922	0,975	106
P, 213,618 нм	0,780	0,716	92
Na, 589,592 нм	0,356	0,353	99
Питательные элементы в микро- и следовых количествах			
S, 181,792 нм	0,265	0,265	100
Mg, 279,078 нм	814	749	92
Zn, 202,548 нм	28,0	28,9	103
Sr, 421,552 нм	4,35	4,37	101
Fe, 259,940 нм	1,8	1,9	107
Cu, 327,395 нм	0,46	0,46	100
Mo, 204,598 нм	0,29	0,27	92
Mn, 257,610 нм	0,17	0,18	103

Выводы

Прибор ИСП-ОЭС Agilent 5100 SVDV, оснащенный дихроичным спектральным сумматором (DSC), позволяет получать результаты как для аксиального, так и для радиального обзоров плазмы за единственное быстрое измерение с хорошим соотношением «цена-качество». Следовые количества токсичных элементов и большие количества питательных элементов были измерены одновременно, в одном цикле анализа стандартного образца сухого молока, без использования ионизационных буферов. Было отмечено прекрасное воспроизведение концентраций для всех элементов, определенных в стандартном образце в режиме синхронизированного вертикального двойного обзора, что подтверждает высокую точность метода при большом динамическом диапазоне. В данном исследовании показано, что прибор ИСП-ОЭС Agilent 5100 SVDV подходит для анализа сухого молока по методике GB 5413.21.

Литература

1. P. D. Kluckner, D. F. Brown, R. Sylvestre, “Analysis of milk by plasma emission spectrometry”. I*CP Information Newsletter*, 1981, 7, 83 [П. Д. Клюкнер, Д. Ф. Браун, Р. Сильвестр, «Анализ молока методом плазменной эмиссионной спектрометрии». Информационный бюллетень *ИСП*, 1981 г., 7, 83].
2. A. J. Ryan, Direct analysis of milk powder on the Liberty Series II ICP-AES with the axially-viewed plasma. *ICP Instruments At Work,* 1997 , ICP-21 [А.Дж. Райан, Прямой анализ сухого молока на ИСП-АЭС Liberty серии II с аксиальным обзором плазмы. *Приборы ИСП в работе* 1997 г., ICP-21].
3. A. Tame and D. Hoobin , Direct Analysis of Milk Powder by Axially-Viewed Simultaneous ICP-OES, *Agilent application note*, 2010, ICPES-26 [А. Там и Д. Хубин , Прямой анализ сухого молока с помощью ИСП-ОЭС одновременного действия с аксиальным обзором, *Методическая информация Agilent*, 2010 г., ICPES-26].
4. Technical overview, Synchronous Vertical Dual View (SVDV) for superior speed and performance, *Agilent publication*, 2014, 5991-4853EN [Технический обзор «Синхронизированный вертикальный двойной обзор (SVDV) — высочайшая скорость и производительность», *публикация Agilent*, 2014 г., № 5991-4853RU].

www.agilent.com

Компания Agilent не несет ответственности за возможные ошибки в настоящем документе, а также за убытки, связанные или являющиеся следствием получения настоящего документа, ознакомления с ним и его использования.

Информация, описания и технические характеристики в настоящем документе могут быть изменены без предупреждения.

© Agilent Technologies, Inc., 2014

Опубликовано 1 июля 2014 г.
Номер публикации: 5991-4900RU

Agilent Technologies