

ICP-Optical Emission Spectroscopy

Tác giả:

Ken Neubauer
PerkinElmer, Inc.
Shelton, CT

Phân tích vi chất dinh dưỡng trong sữa bằng ICP-OES Avio 220 Max

Giới thiệu

Sữa là một nguồn dinh dưỡng quan trọng không chỉ đối với trẻ em mà còn đối với người lớn.

Với vai trò quan trọng của mình, sữa có sẵn dưới nhiều hình thức khác nhau: tươi, đóng hộp (xử lý nhiệt cao), bột và cô đặc. Dạng sữa được tiêu thụ phổ biến nhất thay đổi tùy theo các yếu tố như địa lý, văn hóa và khí hậu.

Phân tích các chất dinh dưỡng trong sữa là một phần quan trọng trong việc giám sát chất lượng sữa. Vi chất dinh dưỡng có thể có mặt tự nhiên hoặc được bổ sung để tăng cường sữa, đáp ứng nhu cầu của thị trường và, trong một số trường hợp, các yêu cầu quy định. Giám sát của cơ quan quản lý và việc bổ sung bắt buộc các chất dinh dưỡng ngày càng gia tăng khi các tổ chức tìm cách ngăn chặn suy dinh dưỡng hệ thống và đảm bảo rằng sữa không bị làm giả. Người tiêu dùng cũng đang yêu cầu giám sát vi chất dinh dưỡng để cải thiện chất lượng sữa và chọn các sản phẩm được bổ sung chất dinh dưỡng thay vì các sản phẩm không được bổ sung trên thị trường.

Đối với các nhà sản xuất sữa, việc kiểm soát chất lượng nội bộ và khả năng giám sát từ bên ngoài cung cấp động lực mạnh mẽ để nhanh chóng, chính xác và dễ dàng theo dõi các chất dinh dưỡng trong sản phẩm của họ. Ngoài ra, các hướng dẫn về ghi nhãn dinh dưỡng cũng yêu cầu đánh giá chính xác các chất dinh dưỡng để tuân thủ quy định.

Quang phổ phát xạ nguyên tử plasma cảm ứng (ICP-OES) thường được ưa chuộng trong môi trường phân tích đa nguyên tố nhờ khả năng phát hiện phù hợp với phân tích dinh dưỡng, cung cấp phạm vi động lớn, thông lượng phân tích đa nguyên tố nhanh và điều kiện vận hành ổn định. Hệ thống hấp thụ nguyên tử ngọn lửa (AAS), mặc dù tiết kiệm chi phí, đơn giản và có tốc độ phân tích từng nguyên tố nhanh, vẫn có thể là một lựa chọn hấp dẫn. Tuy nhiên, việc đo nhiều nguyên tố bằng AAS ngọn lửa yêu cầu mỗi mẫu phải được phân tích riêng lẻ cho từng nguyên tố, điều này làm mất đi lợi thế về tốc độ của AAS ngọn lửa đối với phân tích đa nguyên tố.

Nghiên cứu này tập trung vào việc phân tích vi chất dinh dưỡng trong nhiều sản phẩm sữa thương mại khác nhau bằng hệ thống ICP-OES lai Avio® 220 Max với quá trình chuẩn bị mẫu sử dụng hệ thống phân hủy vi sóng Titan MPS™ của PerkinElmer.

Thực nghiệm

Mẫu và chuẩn bị mẫu

Các mẫu sữa được mua từ các chợ địa phương và được chọn để đại diện cho các loại sữa phổ biến, ở cả dạng tươi và dạng không để hỏng. Các mẫu phân tích bao gồm các phiên bản sữa nguyên kem, ít béo và không béo của sữa tươi, sữa cô đặc, sữa đóng hộp và sữa bột, cùng với mẫu chuẩn NIST SRM 1549a Whole Milk Powder. Các nguyên tố phân tích được chọn là các chất dinh dưỡng thường có trong sữa và các sản phẩm từ sữa.

Các mẫu sữa được chuẩn bị để phân tích bằng phương pháp phân hủy kín bằng vi sóng với hệ thống Titan MPS của PerkinElmer. Phương pháp phân hủy, các thông số mẫu và thuốc thử được liệt kê trong Bảng 1 và 2. Mẫu được cân và đặt vào các bình phân hủy, sau đó thêm thuốc thử và bất kỳ chất bổ sung nào. Các mẫu và thuốc thử để hở trong bình trong 10 phút để cho phép bất kỳ phản ứng ban đầu nào diễn ra an toàn trước khi được đóng kín và đặt vào Titan MPS để phân hủy. Sau khi quá trình phân hủy hoàn tất, mẫu được chuyển ra khỏi bình phân hủy bằng cách rửa ba lần bằng nước khử ion (DI) vào các lọ mẫu để phân tích.

Step	Target Temp (°C)	Pressure Limit (bar)	Ramp Time (min)	Hold Time (min)	Power Limit (%)
1	140	35	10	2	80
2	195	35	3	20	100
3	50	35	1	20	0

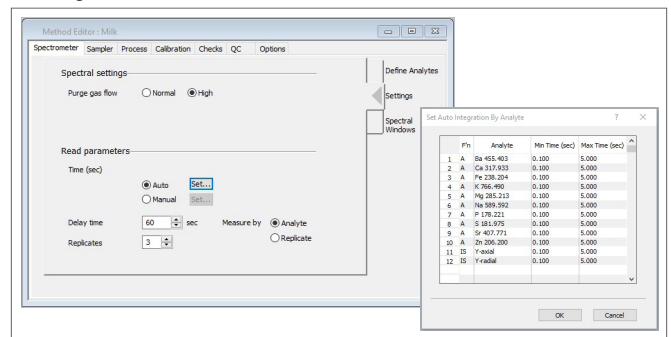
Bảng 1. Titan MPS Digestion Method.

Bảng 2. Digestion Information.

Parameter	Volume
Reagents Used	2.5 mL of HNO ₃ (70%) + 7.5 mL deionized water
Initial Sample Weight	1 g
Final Solution Volume (after dilution)	50 mL

Điều kiện dụng cụ

Tất cả các phân tích được thực hiện trên hệ thống ICP-OES lai Avio 220 Max. Các nguyên tố quan tâm và điều kiện vận hành của thiết bị để phân tích các mẫu sữa được trình bày trong Bảng 3 và 4. Hệ thống đưa mẫu tiêu chuẩn được sử dụng bao gồm bộ phun bằng thủy tinh MEINHARD® và buồng phun cyclonic thủy tinh có bộ tách bọt. Đối với phân tích, một phạm vi tích hợp tự động từ 0,1 đến 5 giây được sử dụng cho mỗi nguyên tố. Phạm vi rộng này cho phép máy quang phổ Avio 220 Max tự động xác định thời gian tích hợp phù hợp nhất cho mỗi nguyên tố: các nguyên tố có nồng độ cao được đọc trong thời gian ngắn hơn, trong khi các nguyên tố có nồng độ thấp hơn sử dụng thời gian tích hợp lâu hơn (Hình 1). Khả năng này giúp giảm thiểu thời gian phân tích mẫu và, kết hợp với lượng tiêu thụ khí argon thấp (8 L/phút), mang lại một khoản tiết kiệm đáng kể khi xem xét chi phí của argon.



Hình 1. The auto integration capability in Syngistix™ for ICP software automatically determines the most appropriate integration time for each element, minimizing sample analysis time.

Bảng 3. Avio 220 Max Hybrid Simultaneous ICP-OES Instrumental Parameters.

Parameter	Value
Nebulizer	MEINHARD® Glass, Type K1 (Part No. N0777707)
Spray Chamber	Baffled Glass Cyclonic (Part No. N0791352)
Sample Uptake Rate (mL/min)	1.0
RF Power (W)	1500
Nebulizer Gas (L/min)	0.70
Auxiliary Gas (L/min)	0.2
Plasma Gas (L/min)	8

Bảng 4. Method Parameters.

Element	Wavelength (nm)	Plasma View	Points per Peak	Auto Integration Range (sec)
Ba	455.403	Radial	3	0.1 – 5
Ca	317.933	Radial	3	0.1 – 5
Fe	238.204	Axial	3	0.1 – 5
K	766.490	Radial	3	0.1 – 5
Mg	285.213	Radial	3	0.1 – 5
Na	589.592	Radial	3	0.1 – 5
P	178.221	Axial	3	0.1 – 5
S	181.975	Axial	3	0.1 – 5
Sr	407.771	Radial	3	0.1 – 5
Zn	206.200	Axial	3	0.1 – 5
Y (int Std)	371.029	Axial & Radial	3	0.1 – 5

Các dung dịch chuẩn làm việc được chuẩn bị trong axit nitric 5% (v/v) từ một dung dịch chuẩn đa nguyên tố và hai dung dịch chuẩn đơn nguyên tố ở các nồng độ được liệt kê trong Bảng 5. Các dung dịch chuẩn làm việc được chuẩn bị thành hai dải để đảm bảo độ chính xác tối đa cho cả nguyên tố ở mức thấp và mức cao. Nồng độ axit nitric cuối cùng của các dung dịch chuẩn (5%) được chọn để phù hợp với nồng độ axit của các mẫu đã phân hủy và pha loãng. Yttrium (Y) được thêm vào tất cả các dung dịch ở mức 0,5 ppm làm nội chuẩn.

Bảng 5. Calibration Standards.

Element	Std 1 (µg/L)	Std 2 (µg/L)	Std 3 (mg/L)	Std 4 (mg/L)
Ba, Fe, Sr, Zn	50	100	----	----
Ca, K, Mg, Na, P, S	----	----	1	10

Kết quả và thảo luận

Cho dù có sự khác biệt trong các mẫu sữa (hàm lượng chất béo, độ đặc, hình thức), hệ thống phân hủy Titan MPS có thể xử lý mẫu một cách đơn giản và nhanh chóng để phân tích bằng cách sử dụng lượng thuốc thử tối thiểu, tiết kiệm thời gian đáng kể so với các phương pháp phân hủy bình hồ cổ điển. Tất cả mẫu phân hủy đều tạo ra dung dịch trong suốt, điều này cho thấy quá trình phân hủy hoàn toàn.

Để xác lập độ chính xác của phương pháp, mẫu bột sữa nguyên chất NIST 1549a đã được phân tích và kết quả được trình bày trong Bảng 6. Đây là mẫu thách thức nhất do hàm lượng chất béo cao và dạng bột cô đặc của nó. Tuy nhiên, tất cả các giá trị thu được đều nằm trong khoảng $\pm 10\%$ so với các giá trị chứng nhận, cho thấy độ chính xác của phương pháp và khả năng của ICP-OES Avio 220 Max trong việc đo lường sự biến đổi lớn của nồng độ nguyên tố trong một lần phân tích.

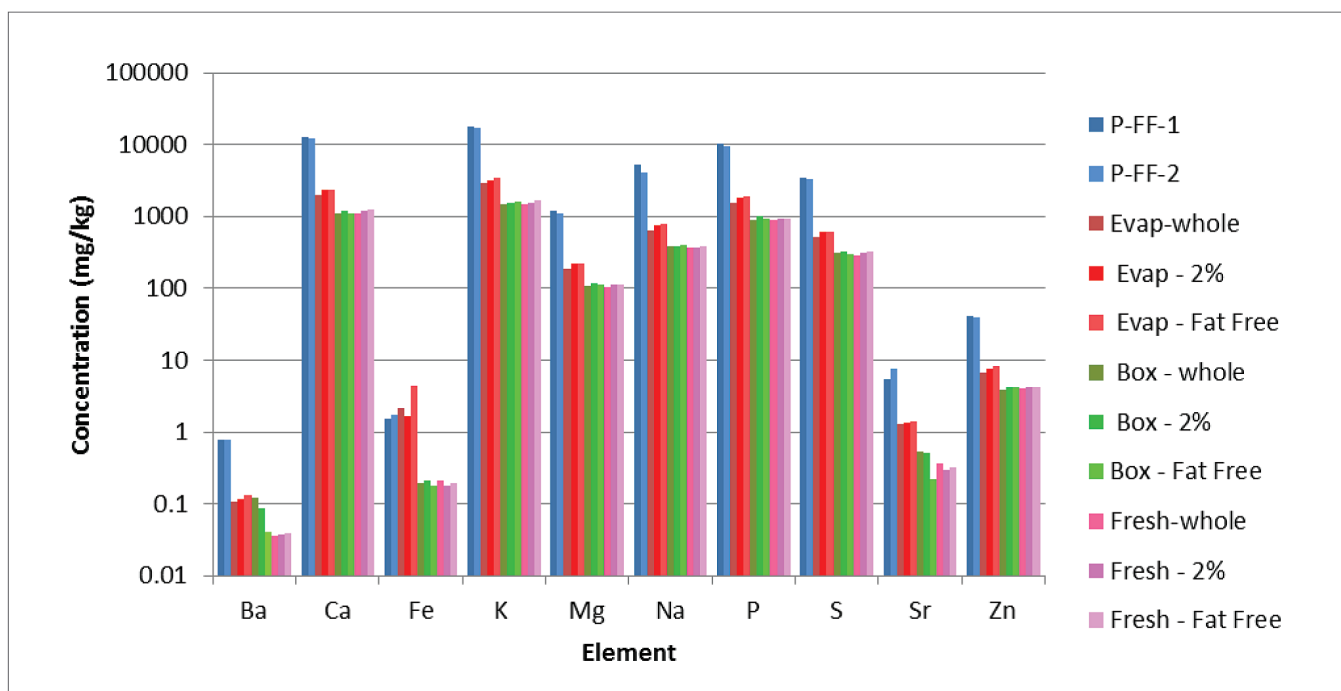
Bảng 6. Analysis of NIST 1549a Whole Milk Powder.

Element	Experimental (mg/kg)	Certified (mg/kg)	% Recovery
Ba	0.530	0.566	94
Ca	9203	8810	104
Fe*	1.72	1.8	95
K	11920	11920	100
Mg	845	892	95
Na	3185	3176	100
P	7128	7600	94
S	2239	---	---
Sr	2.04	2.14	95
Zn	33.7	33.8	100

* Reference value

Sau khi độ chính xác được thiết lập, các mẫu sữa khác được phân tích và kết quả được trình bày trong Hình 2. Như dự đoán, nồng độ nguyên tố trong sữa bột là cao nhất, tiếp theo là sữa đặc, sữa đóng hộp và sữa tươi, có nồng độ nguyên tố thấp nhất.

Điều thú vị là nồng độ nguyên tố nhất quán trong mỗi loại mẫu (tức là sữa đóng hộp, sữa tươi, sữa cô đặc hoặc sữa bột), bất kể hàm lượng chất béo. Ngoài ra, các loại sữa đóng hộp chứa mức dinh dưỡng tương đương với sữa tươi, cho thấy rằng quá trình xử lý nhiệt cao của sữa đóng hộp (cần thiết để giữ cho sữa ổn định mà không cần làm lạnh) không làm giảm chất lượng dinh dưỡng. Phân tích này cũng cho thấy lý do tại sao sữa là một nguồn thực phẩm có giá trị: các chất dinh dưỡng như canxi, kali, magie và natri có mặt ở mức cao, cùng với photpho và lưu huỳnh.



Hình 2. Results from analyses of milk samples (powdered milks in shades of blue; evaporated milks in shades of red; boxed milks in shades of green; fresh milks in shades of pink).

K ^e] b *k^¥ c\^a c^k ^^] ^c c\^e] c^i X] ^^ e^X V^øE"D: H^ 6kđ" ' %B Vm~] c\^X c^e] ^e] V^đ c\^b j^i n^X] c] ^X] đ^i c\^ c\^j n c^i #K ^j V^b X^i ^j ^X] j c^] ^j ^X] j c^] c] μ^μ X^i g c] W n^ i g c\^7 c\^*H^i i^X ^X X^c\^j n c^i ^X ^i] ^μ X^e] c^i X] i g c\^ b i^a c^e] c^i X] Y^j n^c] i^X] đ^b ^b j #

Để đánh giá bất kỳ ảnh hưởng ma trận còn lại nào từ các mẫu khác nhau, tất cả các mẫu sữa cô đặc, đóng hộp và tươi được bổ sung các nguyên tố ở các mức như trong Bảng 7 trước khi phân hủy. Các mức bổ sung này đại diện cho nồng độ trong dung dịch sau khi chuẩn bị mẫu và hơi cao hơn nồng độ của các mẫu sữa không bổ sung. Tiêu chí này đảm bảo rằng mức bổ sung có ý nghĩa liên quan đến tín hiệu mẫu cho mục đích đánh giá phân tích. Các mẫu sữa bột không được bổ sung vì việc phân tích mẫu sữa bột NIST đã chứng minh không có ảnh hưởng. Kết quả thu hồi bổ sung xuất hiện trong Hình 3: tất cả đều nằm trong phạm vi 10% giá trị bổ sung. Với khả năng phân hủy hiệu quả bằng hệ thống Titan MPS cung cấp, không cần phải khớp ma trận trên mỗi mẫu để đạt được khả năng phục hồi đột biến tuyệt vời.

Kết luận

Công trình này đã chứng minh khả năng của Avio 220 Max hybrid lai ICP-OES phân tích đáng tin cậy và hiệu quả nhiều mẫu sữa khác nhau cho một loạt các nguyên tố trên một phạm vi nồng độ rộng. Với khả năng mở rộng của mình, máy quang phổ Avio 220 Max cung cấp thông lượng mẫu đa nguyên tố lớn hơn khi so sánh với ngọn lửa AA, đồng thời cho phép phân tích đơn giản các nguyên tố, thường là thách thức đối với ngọn lửa AA, chẳng hạn như phốt pho và lưu huỳnh.

Bảng 7. Pre-Digestion Spike Levels.

Element	Spike Level	Units
Ba	10	µg/L
Fe, Sr, Zn	100	µg/L
Mg	5	mg/L
Na, S	15	mg/L
Ca, K, P	50	mg/L

Sử dụng hệ thống phân hủy vi sóng Titan MPS giúp đơn giản hóa quá trình chuẩn bị mẫu đồng thời tăng thông lượng và năng suất cho phòng thí nghiệm so với phân hủy tắm nóng hoặc khối nóng. Khả năng tiêu hóa hoàn toàn các mẫu giúp loại bỏ nhu cầu phải khớp ma trận chuẩn hiệu chuẩn, do đó đơn giản hóa quá trình phân tích.

Việc sử dụng hệ thống phân hủy Titan MPS để chuẩn bị mẫu và Avio 220 Max ICP-OES để phân tích là sự kết hợp lý tưởng để phân tích nhanh chóng, đơn giản và chính xác các thành phần dinh dưỡng trong sữa.

Tài liệu tham khảo

- Spivey, Nick, "Analysis of Micronutrients in Milk by Flame Atomic Absorption Using FAST Flame Sample Automation for Increased Sample Throughput", Application Note, PerkinElmer, 2015.



Figure 3. Spike recoveries in milk samples (evaporated milks in shades of red; boxed milks in shades of green; fresh milks in shades of pink).

Vật tư tiêu hao sử dụng

Avio 220 Max ICP-OES	
Component	Part Number
Red/Red PVC Pump Tubing	09908585
Black/Black PVC Pump Tubing	09908587
Autosampler Tubes	B0193233 (15 mL) B0193234 (50 mL)
Instrument Calibration Standard 2 (100 mg/L)	N9301721 (125 mL)
Pure-Grade Phosphorus Standard (1000 mg/L)	N9303788 (125 mL) N9300139 (500 mL)
Pure-Grade Sulfur Standard (1000 mg/L)	N9303796 (125 mL) N9300154 (500 mL)

Titan MPS Digestion System	
Component	Part Number
Consumables Kit for Standard 75 mL Digestion Vessels	N3132000
Rupture Disks for Standard 75 mL Digestion Vessels (25 pieces)	N3132001
Pressure Seal for Standard 75 mL Digestion Vessels (10 pieces)	N3132002
End Cap Plug for Gas Containment Manifold	N3134004
Single Lip Seal Forming Tool for Standard 75 mL Digestion Vessels	N3132015
8-Position Lip Seal Forming Tool for Standard 75 mL Digestion Vessels	N3132014