

# 塞曼原子吸收光谱法测定食品添加剂磷酸中钠含量 Determination of Sodium Content in Food Additive- phosphoric Acid with Method Zeeman Atomic Absorption Spectrum

林文业, 黄一帆, 黄文琦, 林 葵

LIN Wen-ye, HUANG Yi-fan, HUANG Wen-qi, LIN Kui

(广西分析测试研究中心, 广西南宁 530022)

(Guangxi Research Center for Analysis and Test, Nanning, Guangxi, 530022, China)

**摘要:**采用火焰原子吸收光谱法标准加入曲线法测定食品添加剂磷酸中钠含量,并进行精密性、准确度和检出限测定试验。结果表明,钠在  $0.25 \sim 2.00 \mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$  浓度范围内标准曲线线性良好,回归方程为  $r = 0.9999$ ,  $RSD = 2.02\%$ ,平均回收率为  $96.0\% \sim 108\%$ 。本方法简便、快速、灵敏度,能够准确地测定磷酸中钠的含量,结果令人满意。

**关键词:**原子吸收法 钠 磷酸

中图分类号:O657.31 文献标识码:A 文章编号:1002-7378(2006)S0-0441-02

**Abstract:** It's determined sodium content in phosphoric acid by additive of standard with method flame atomic absorption spectrum, it's tested with precision, accuracy and detection limit. It's indicated that standard curve's linearity is well at range of concentration from  $0.25$  to  $2.00 \mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$ ,  $r = 0.9999$ ,  $RSD = 2.02\%$ , it's from  $96.0\%$  to  $108\%$  of average callback, This method is quick, simple, ingenious and satisfied with determining sodium content in phosphoric acid.

**Key words:** atomic absorption spectrum, sodium, phosphoric acid

目前,广西出口食品添加剂磷酸的生产,主要集中在广西防城港市,现共有5家生产厂,年产量达16万多吨,所生产的食品添加剂磷酸出口日本、泰国,东南亚等国家和地区。出口磷酸中钠含量要求控制在  $5 \text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$  级以下。为了满足产品出口的需要,我们采用塞曼火焰原子吸收光谱法标准加入曲线法测定磷酸中钠含量,在磷酸中钠含量低,不能过大稀释的条件下,克服基体、背景和粘稠度的影响,进行精密性、准确性、检测限的测定试验,获得满意的,符合要求的试验结果。经过多年的应用验证,本方法能够快速、准确地测定磷酸中钠的含量,获得进口国家和用户认可,为广西生产优质磷酸出口创汇提供了可靠的技术保障。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器及试剂

日立 Z-6000 型偏振塞曼火焰原子吸收分光光度计;钠标准储备溶液  $1000 \mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$  (由国家标准物质中心提供);氯化铯溶液  $\text{Cs } 10 \text{ mg} \cdot \text{ml}^{-1}$ ,称取氯化铯  $1.27 \text{ g}$  溶于超纯水中,并稀释至  $100 \text{ ml}$ ;超纯水[电导率( $25 \text{ }^\circ\text{C}$ )  $< 0.1 \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ ];所用玻璃器皿及聚乙烯塑料瓶等均用硝酸溶液(1+1)浸泡一昼夜,然后用超纯水冲洗干净。

### 1.2 仪器测定条件

钠波长  $589.0 \text{ nm}$ ,狭缝  $1.3 \text{ nm}$ ,灯电流  $10 \text{ mA}$ ,燃烧器高度  $7 \text{ mm}$ ,空气流量  $9.5 \text{ L} \cdot \text{cm}^{-1}$ ,乙炔流量  $2.2 \text{ L} \cdot \text{min}^{-1}$ ,塞曼效应扣背景;采用峰高通过标准加入法,浓度直读或吸光度计算含量。

### 1.3 样品预处理

将试样摇匀后,准确称取  $25 \text{ g}$  ( $0.001 \text{ g}$ ) 于  $100$

ml 容量瓶中,然后加入 4.0 ml 氯化铯溶液,用超纯水定容至刻度,摇匀,转入 100ml 聚乙烯瓶中,备用。

#### 1.4 标准系列配制

##### 1.4.1 钠标准使用液

于 100ml 系列容量瓶中,各加入 4.0ml 氯化铯溶液,再加入钠标准溶液,配制成  $0.00\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$ ,  $0.50\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$ ,  $1.00\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$ ,  $2.00\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$ ,  $4.00\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$  钠标准系列溶液,然后转入 100ml 系列聚乙烯瓶中,待测。

##### 1.4.2 标准加入曲线法系列溶液

分别准确移取 25.0ml 样品溶液和钠标准系列溶液于 50ml 系列容量瓶中,充分摇匀,配制成  $0.00\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$ ,  $0.25\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$ ,  $0.50\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$ ,  $1.00\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$ ,  $2.00\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$  钠标准加入法系列溶液,然后分别转入 50ml 聚乙烯瓶中,待测。

## 2 结果与分析

### 2.1 标准曲线与回归方程

将配制的 3 套钠标准加入系列溶液用塞曼火焰原子吸收光谱法测定吸光度,绘制标准加入曲线,已减去样液吸光度,计算标准曲线平均值,结果见表 1。

表 1 标准加入曲线

编号	样液	吸光度					相关系数
		0.00 ( $\mu\text{g}/\text{ml}$ )	0.25 ( $\mu\text{g}/\text{ml}$ )	0.50 ( $\mu\text{g}/\text{ml}$ )	1.00 ( $\mu\text{g}/\text{ml}$ )	2.00 ( $\mu\text{g}/\text{ml}$ )	
1	0.0218	-0.0007	0.0082	0.0132	0.0273	0.0561	0.9993
2	0.0220	0.0003	0.0077	0.0135	0.0276	0.0541	0.9999
3	0.0223	-0.0006	0.0079	0.0134	0.0276	0.0563	0.9996

由表 1 结果可知钠在  $0.25 \sim 2.0\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$  浓度范围内标准加入曲线线性良好,回归方程为  $Y = 5.175 \times 10^{-4} + 0.02683X$ , 相关系数  $r = 0.9999$ 。

### 2.2 精密度试验

分别对 3 种不同浓度的样品溶液各 6 份,连续进样测定,计算其相对标准偏差,其精密度  $RSD$  (%) 均小于 5%,测定结果(见表 2)符合方法要求。

表 2 精密度试验结果

编号	单项测定结果( $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ )							标准偏差	$RSD$ (%)
	1	2	3	4	5	6	平均值		
1	2.54	2.58	2.58	2.50	2.66	2.54	2.57	0.0547	2.13
2	2.87	3.06	2.84	2.73	2.91	2.95	2.89	0.1108	3.83
3	3.14	3.22	3.22	3.18	3.06	3.22	3.17	0.0641	2.02

### 2.3 准确度试验

分别测定未加钠标准样液各 1 份,样液加不同

浓度钠标准各 3 份,按上述选定仪器测定条件连续进样 6 次测定,做回收率试验,统计平均回收率在 96.0%~108% 之间,测定结果(表 3)表明,方法的准确度较好。

表 3 钠的加标回收率

编号	加入的钠含量 ( $\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$ )	测得量( $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ )						平均值	回收量 ( $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ )	回收率 (%)
		1	2	3	4	5	6			
1	0.00	0.61	0.62	0.62	0.60	0.64	0.61	0.62	—	—
1-1	0.50	1.15	1.17	1.15	1.13	1.16	1.20	1.16	0.54	108
1-2	1.00	1.59	1.62	1.64	1.61	1.59	1.60	1.61	0.99	99.0
1-3	2.00	2.66	2.68	2.66	2.65	2.59	2.66	2.65	2.03	102
2	0.00	0.78	0.80	0.80	0.79	0.76	0.80	0.79	—	—
2-1	0.50	1.26	1.27	1.28	1.30	1.27	1.24	1.27	0.48	96.0
2-2	1.00	1.76	1.78	1.77	1.83	1.78	1.76	1.78	0.99	99.0
2-3	2.00	2.79	2.79	2.83	2.82	2.80	2.76	2.80	2.01	100.5
3	0.00	0.77	0.76	0.73	0.78	0.79	0.82	0.78	—	—
3-1	0.50	1.25	1.26	1.26	1.24	1.30	1.28	1.26	0.48	96.0
3-2	1.00	1.77	1.80	1.79	1.76	1.82	1.79	1.79	1.01	101
3-3	2.00	2.78	2.78	2.76	2.84	2.78	2.83	2.80	2.02	101

### 2.4 检出限

在上述选定仪器测定条件下,对空白溶液进行平行 11 次吸光度测量,测得平均值及标准偏差 ( $S_A$ ),和对钠系列标准溶液测得的吸光度后,按线性回归法求出工作曲线的斜率,得到测钠的灵敏度 ( $s$ ),根据检出限计算公式:  $Q_L(K=3) = 3S_A/S$  ( $\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$ ),计算得出本方法的检出限为  $0.038\mu\text{g} \cdot \text{ml}^{-1}$ 。

## 3 结束语

在选定的仪器测定条件下,采用塞曼原子吸收光谱法的标准加入曲线法测定磷酸中钠含量,方法的相关系数  $r = 0.9993 \sim 0.9999$ ,相对标准偏差为 2.02%~3.83%,回收率为 96.0%~108%。本方法线性良好、精密度和准确度均较高,能够快速、准确地测定磷酸中微量钠的含量。经过多年的应用证明,方法可靠,可以推广应用。

参考文献:

- [1] 林文业,林葵,何建忠.塞曼原子吸收光谱法测定磷酸中钠的质量控制[J].标准计量与质量,1998(6):17-19.
- [2] GB3149-1992.食品添加剂:磷酸[S].北京:中国标准出版社,2001.