

两种前处理方法在钠含量检测中的对比研究

梅灿辉

(珠海市质量计量监督检测所, 广东珠海 519002)

摘要: 针对食品中钠含量检测的国标前处理方法(湿法消解)操作繁琐、效率低下的问题, 开展干灰化法和微波消解两种前处理方法的对比研究, 以加标回收率评价方法的可行性, 还考察了原子发射法检测钠含量过程中调整单色器的标液浓度、标准曲线浓度范围、样品稀释倍数等方面的影响。结果表明, 用于调整单色器的钠标准溶液选择 1 mg/L 优于 2 mg/L; 选择浓度范围(0~2 mg/L)进行标准曲线的二次曲线拟合结果较好; 合适的稀释倍数就是使得稀释后样液浓度接近用于调整单色器的中间浓度的稀释倍数; 在酱油、火腿肠、乳饮等三种不同钠含量水平的食品中, 微波消解前处理的测定结果均比干灰化法高, 就乳饮而言, 微波消解的回收率 96.88%, 而干灰化法的回收率 87.18%, 两种前处理方法的估算结果无显著差异。因此, 干灰化法、微波消解可以作为食品中钠含量检测的前处理方法, 是对国标方法的补充。

关键词: 食品; 钠; 干灰化法; 微波消解

文章编号: 1673-9078(2014)3-255-257

Determination of Sodium in Food by Two Pretreatment Methods

MEI Can-hui

(Zhuhai Supervision Testing Institute of Quality and Metrology, Zhuhai 519002, China)

Abstract: Aiming at the problem of complicated operation and low efficiency of the normal pretreatment method (wet digestion) in sodium determination, comparative study was carried out with two pretreatment methods (dry ashing and microwave digestion). The feasibility of the methods was evaluated by the recovery of standard addition, and the effects of monochromator adjustment concentration, the concentration range of standard curve and the dilution multiple of sample on the determination of sodium by atomic emission method were investigated. The monochromator adjustment concentration of 1 mg/L was better than that of 2 mg/L. The quadratic curve fit well in the concentration range of 0~2 mg/L. The proper dilution multiple of the sample solution was close to the monochromator adjustment concentration. In three different sodium-containing foods, including sauce, sausage and milk drink, the determination result of microwave digestion was higher than dry ashing. For milk drink, the recovery of microwave digestion was 96.88%, while dry ashing was 87.18%. There was no significant difference between the estimated results of two methods. Thus, dry ashing and microwave digestion could be the pretreatment methods for sodium determination in food, as supplement to the national standard method.

Key words: food; sodium; dry ashing; microwave digestion

《GB 28050-2011 食品安全国家标准 预包装食品营养标签通则》^[1]在 2013 年 1 月 1 日强制实施, 凡此日期后生产的预包装食品, 除几类豁免之外, 强制要求标示能量、蛋白质、脂肪、碳水化合物和钠。在此前后, 许多食品企业纷纷委托送检营养成分, 检测任务空前增加。目前钠的检测按《GB/T 5009.91-2003 食品中钾、钠的测定》^[2]进行, 其前处理方法为湿法消解, 人工操作繁琐, 未能应付大批量样品的检测任务, 并且消耗试剂多, 容易引入污染影响结果的准确性。加工食品中的钠主要以氯化钠的形式存在^[3], 耐高温不易损失, 因此可以考虑采用干灰化法进行前处理。干灰化法操作简便、快速, 适合大批量样品的检

收稿日期: 2013-10-25

作者简介: 梅灿辉 (1985-), 男, 工程师, 现从事食品安全检测工作

测。而微波消解是先进的前处理方法, 相当于密闭条件下加热增压的湿法消解, 过程自动化, 消解效果好, 不易损失被测元素。国外的 Jesús M. Anzano 等^[4]曾开展过微波消解、湿法消化、干法消化等三种前处理方法在食品中铁、锰、锌含量检测中的对比研究, 国内未见有关于食品中钠含量检测的前处理方法对比的研究报道。另外, 各类食品中的钠含量高低差异比较大^[3], 前处理之后需要进行不同程度的稀释, 在钠的原子发射测定方法中用于调整单色器的标液浓度、用于拟合标准曲线的浓度范围、样品的稀释倍数等因素对测定结果均有影响。为此, 开展干灰化法和微波消解两种前处理方法的对比研究, 以加标回收率评价方法的可行性, 同时还考察了前述上机检测过程中的几个影响因素。这些研究结果以期为检测机构、企业的质

检工作人员提供参考和向有关部门提出完善国标方法的建议。

1 材料与方法

1.1 材料

市售酱油、火腿肠、含乳饮料；65%硝酸（优级纯），德国默克公司。

1.2 仪器

MKII-M6 型原子吸收光谱仪，美国热电公司；MARS 微波消解仪，美国培安公司。

1.3 方法

(1) 所有玻璃器皿均冲刷洗净，浸泡浓酸，再用去离子水反复冲洗，晾干，方可使用。用去离子水和优级纯的硝酸配制 0.5 mol/L 的硝酸，再以此酸配制浓度分别为 0.25、0.5、1、1.5、2、2.5、3、3.5、4 mg/L 的钠标准溶液。

(2) 用原子发射法测定钠含量。上机条件：波长为 589 nm，通带 0.5 nm，测量时间 4 s，火焰类型为空气-乙炔，燃气流量为 1.1 L/min。分别以 2 mg/L 和 1 mg/L 的钠标准溶液调整单色器测标准曲线。选择合适的浓度范围进行标准曲线的二次曲线拟合。

(3) 选择了三种不同钠含量水平的食品（酱油、火腿肠、含乳饮料），分别进行干灰化法和微波消解两种前处理，并对乳饮样品进行加标。干灰化法的处理条件：称量 2.5 g 样品于坩埚中，先在电炉上小火炭化至无烟，再移入马弗炉 510 °C 灰化 6 h，冷却、定容。微波消解的处理条件：称量 1 g 样品于消化罐中，加入 5 mL 硝酸，安装好消化装置，放入微波消解仪中，1600 W，5 min 升温至 120 °C，保持 3 min，再 5 min 升温至 150 °C，保持 5 min，再 5 min 升温至 180 °C，保持 15 min，冷却、定容。

(4) 根据酱油中的预计钠含量范围，将微波消解后的酱油样品稀释到不同倍数（41667 倍、62500 倍和 125000 倍），考察不同稀释倍数对测定结果的影响。

(5) 进行干灰化法和微波消解两种前处理方法的对比，通过加标回收率和估算结果来评价方法的可行性。

2 结果与分析

2.1 选择用于调整单色器的标液浓度

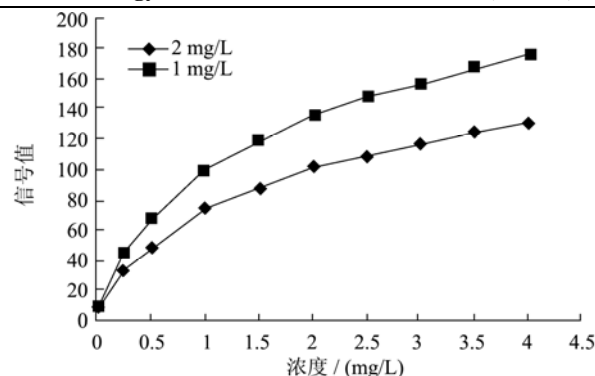


图1 以 2 mg/L 和 1 mg/L 的钠标准溶液调整单色器测得的标准曲线

Fig.1 Sodium standard curves with the monochromator adjustment concentration of 1 mg/L and 2 mg/L

图 1 是分别以 2 mg/L 和 1 mg/L 的钠标准溶液调整单色器测得的标准曲线。从图 1 可见，用于调整单色器的钠标准溶液的浓度越大，测得的标准曲线的信号值越小。以 2 mg/L 的钠标准溶液调整吸光度测得的标准曲线的信号值过于密集（尤其是在浓度大的范围内），这样会导致在利用标准曲线根据信号值回算浓度的时候，信号值测量的误差造成浓度的误差比较大。因此选择 1 mg/L 的钠标准溶液用于调整单色器。

2.2 选择用于拟合标准曲线的浓度范围

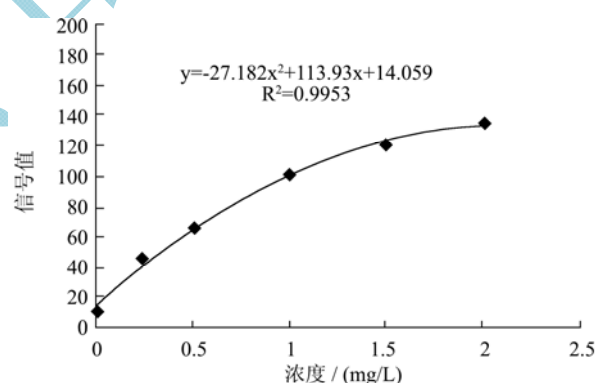


图2 选择浓度范围(0~2 mg/L)进行钠标准曲线的二次曲线拟合

Fig.2 The quadratic fitting of sodium standard curves in the concentration range of 0~2 mg/L

从图 1 可见，随着钠标准溶液的浓度增大，原子发射的信号值增大，但标准曲线的斜率越来越小；在低浓度范围内(0~2 mg/L)标准曲线的信号值分散，在高浓度范围内(2~4 mg/L)标准曲线的信号值密集；在低浓度范围内标准曲线的斜率大，在高浓度范围内标准曲线的斜率小。对于以 1 mg/L 的钠标准溶液调整吸光度测得的标准曲线，如果选择整个浓度范围(0~4 mg/L)进行标准曲线的二次曲线拟合，则回归系数 $R^2=0.9836$ ，而选择低浓度范围(0~2 mg/L)进行拟合，

则回归系数 $R^2=0.9953$ 。并且由于选择了 1 mg/L 的钠标准溶液用于调整单色器, 因此偏离此浓度较远的其它浓度的信号值的测定可能相对不准。因此确定选择浓度范围(0~2 mg/L)进行标准曲线的二次曲线拟合, 拟合结果见图 2。

2.3 选择合适的稀释倍数

表 1 微波消解后的酱油样品以不同稀释倍数上机的钠含量测定结果

Table 1 Determination results of sodium content of microwave digested sauce sample with different dilution multiples

稀释倍数	信号值	回算浓度 (mg/L)	样品钠含量 (10^2 mg/g)
41667	125.28±3.48	1.60±0.12	6305.31±516.67
62500	107.13±3.30	1.14±0.06	6625.02±334.37
125000	73.48±0.88	0.62±0.01	7162.19±136.31

注: 表中数据均以平均值标准偏差的形式表示, n=4。

从表 1 可见, 微波消解后的酱油样品以不同稀释倍数上机, 测得信号值、回算浓度和样品钠含量的平均值和标准偏差。显然稀释倍数大, 样液信号值小, 回算浓度低。而计算出的样品钠含量随着稀释倍数的增大而增大, 其标准偏差随着稀释倍数的增大而减小。分析其原因, 可能是由于稀释倍数越大, 体系中的空白效应影响越大, 造成测定结果越大。而稀释倍数越

表 2 干灰化法和微波消解两种前处理方法在酱油、火腿肠、乳饮中钠含量检测中的对比

Table 2 Comparison on the determination of sodium content in sauce, sausage and milk drink by two pretreatment methods- dry ashing and microwave digestion

样品	干灰化法			微波消解			绝对差值与算术 平均值之比/%
	测定结果 (10^2 mg/g)	回收率 /%	估算结果 (10^2 mg/g)	测定结果 (10^2 mg/g)	回收率 /%	估算结果 (10^2 mg/g)	
酱油	5947.03±492.50	-	6821.91	6625.02±334.37	-	6838.18	0.24
火腿肠	647.04±25.11	-	742.19	751.94±32.97	-	776.13	4.48
乳饮	37.10±3.20	-	41.88	44.87±5.27	-	46.31	9.09
乳饮-加标	71.38±1.99	87.18	-	141.75±3.16	96.88	-	-

注: 由于酱油、火腿肠的钠含量高, 未能做加标回收试验。酱油、火腿肠的估算结果是根据乳饮加标试验的回收率进行计算的。

3 结论

3.1 用于调整单色器的钠标准溶液选择 1 mg/L 优于 2 mg/L。

3.2 确定选择浓度范围(0~2 mg/L)进行标准曲线的二次曲线拟合。

3.3 合适的稀释倍数, 就是使得稀释后样液浓度接近用于调整单色器的中间浓度的稀释倍数。

3.4 在酱油、火腿肠、乳饮等三种不同钠含量水平的食品中, 微波消解前处理的测定结果均比干灰化法高,

大标准偏差越小, 是因为如前述钠标准曲线是随着浓度的增大而信号值越来越密集、斜率越来越小, 在高浓度时信号值轻微波动足以容易造成回算浓度的明显偏差。另外, 原子发射测钠是以选择某个合适浓度(通常是中间浓度)的标准溶液来调整单色器的(即调 100), 因此接近该浓度的样液其测定结果较准确。因此综合考虑几方面的因素, 合适的稀释倍数, 就是使得稀释后样液浓度接近用于调整单色器的中间浓度的稀释倍数。

2.4 干灰化法和微波消解两种前处理方法在酱油、火腿肠、乳饮中钠含量检测中的对比

从表 2 可见, 在酱油、火腿肠、乳饮等三种不同钠含量水平的食品中, 微波消解前处理的测定结果均比干灰化法高, 微波消解的回收率 96.88%, 非常理想, 而干灰化法的回收率 87.18%, 也比较满意。根据两种前处理方法的回收率对酱油、火腿肠、乳饮中钠含量进行估算, 估算结果的绝对差值与算术平均值之比 <20%, 符合检验方法的要求, 结果无显著差异, 比对结果满意。从而可以论证, 干灰化法、微波消解可以作为食品中钠含量检测的前处理方式, 也是对国标方法的补充。

参考文献

- [1] GB 28050-2011, 食品安全国家标准 预包装食品营养标签通则[S]
GB 28050-2011, National food safety standard, General rules of pre-packaged food nutrition labeling [S]

- [2] GB/T 5009.91-2003,食品中钾、钠的测定[S]
GB/T 5009.91-2003, Determination of potassium and sodium in foods [S]
Sodium in Various Prepackaged Food [J]. Academic Periodical of Farm Products Processing, 2013, 10: 1-3
- [3] 梅灿辉,李秋鹏.各类预包装食品中钠的含量及来源调查[J].农产品加工学刊,2013,10:1-3
MEI C H, LI Q P. Investigation on the Content and Source of
[4] Anzano J M, Ruíz-Gil M. Comparison of microwave acid digestion with the wet digestion and ashing methods for the determination of Fe, Mn, and Zn in food samples by flame AAS [J]. Atomic spectroscopy, 2005, 26(1): 28-33

现代食品科技