

上海洪纪仪器设备有限公司

食物中钾、钠的测定方法

火焰发射法

1.原理

样品处理后，导入火焰光度计中，经原子化后，分别测定钾、钠的发射强度，其发射强度与它们的含量成正比。钾、钠最低检出限分别为 0.05 μ g 和 0.3 μ g

2.适用范围

依据中华人民共和国国家标准，钾：GB-1239790，钠：GB-1239790，此方法适用于所有食品及保健品中元素含量的测定。

3.仪器

原子吸收光谱分光光度计

4.试剂

- (1) 硝酸 (GB) 高氯酸 (GB)
- (2) 混合酸消化液：硝酸+高氯酸 按 4: 1 混合
- (3) 去离子水：(K Ω) 80 万以上。
- (4) 国家标准物质研究中心：钾、钠标准溶液，浓度均为 1000 μ g/mL,
- (5) 标准质控物：猪肝粉。

以上溶液需 4 $^{\circ}$ C 保存，质控物室温干燥保存。

5.操作步骤

5.1 样品消化：实验操作需在无元素污染的环境中进行。准确称取样品干样 (0.3-0.7g 左右),湿样(1.0g 左右),饮料等其他液体样品 (1.0-2.0g 左右),然后将其放入 50mL 消化管中,加混酸 15mL 左右,过夜。次日,将消化管放入消化炉中,消化开始时可将温度调低(约 130 $^{\circ}$ C 左右),然后逐步将温度调高(最终调至 200 $^{\circ}$ C 左右)进行消化,一直消化到样品冒白烟并使之变成无色或黄绿色为止。若样品未消化好可再加几毫升混酸,直到消化完全。消化完后,待凉,再加 5mL 去离子水,再加热,直到消化管中的液体约剩 2mL 左右,取下,放凉,然后转移至 10mL 试管中,再用去离子水冲洗消化管 2-3 次,并最终定溶至 10mL。

样品进行消化时,应同时进行空白消化。

5.2 测定：将标准储备液分别配置成不同浓度系列的标准稀释液,然后上机测定。

不同浓度系列标准稀释液的配制

元素	使用液浓度 μ g/mL	吸取量 mL	稀释体积 mL	标准系列浓度 μ g/mL	稀释用溶液
K	1000	2.0	100	20.0	去离子水
		4.0		40.0	
		8.0		80.0	
Na	1000	1.0	100	10.0	
		2.0		20.0	
		4.0		40.0	

上海洪纪仪器设备有限公司

实验条件：钾、钠的测定波长分别 404.4nm、589.0nm，狭缝分别为 0.5nm 和 0.2nm，燃烧头的位置按仪器使用说明调制至最佳状态，然后点火进行测定，首先，以各标准系列绘制标准曲线，然后逐一测定空白及样品。

6. 计算

根据仪器测定出的数据，代入公式进行计算。

$$X \text{ (mg/100g)} = \frac{(c-c_0) \times V \times f \times 100}{m \times 1000}$$

式中：c——测定样品中元素的浓度 mg/L

c₀——空白值

V——样品定溶体积 mL

f——稀释倍数

m——取样量 g（固体重量为 g，液体为 mL）

7. 注意事项

样品处理要防止污染，所用器皿均应使用塑料制品，使用的试管及器皿均应在使用前泡酸，并用去离子水冲洗干净，干燥后使用。样品消化时注意酸不要烧干，以免发生危险。

注：测定钾、钠也可用原子吸收的方法，其原理与原子吸收的原理相同，其实验步骤、测定条件同火焰发射法相同，优点是灵敏度比火焰发射法要高，最低检出限比火焰发射法低，并且抗干扰能力较强。但火焰发射不需要光源，因而比较经济，二者结果是相同的。