

# 常见食品中钾、钠测定的方法研究

黄振波<sup>1</sup>, 胡曙光<sup>2</sup>, 蔡文华<sup>2</sup>, 范健彬<sup>2</sup>, 黄伟雄<sup>2</sup>, 苏祖俭<sup>2\*</sup>

(1. 河源市疾病预防控制中心, 河源 517000; 2. 广东省疾病预防控制中心,  
国家食品安全风险监测重金属参比实验室, 广州 511430)

**摘要:** **目的** 针对现行食品中钾、钠测定的国家标准的局限性, 对食品中钾、钠测定的前处理方法和测定方法进行探讨。 **方法** 分别采用 4 种前处理方法和 3 种测定方法对普通食品和国家标准物质中的钾、钠进行测定, 并计算和比较各种方法的检出限、精密度和准确度。 **结果** 4 种前处理方法测定钾、钠的平均回收率为 84%~112%, 精密度为 0.4%~3.4%; 3 种测定方法测定钾、钠的检出限分别为 1.79~10.7 mg/kg 和 3.68~14.2 mg/kg, 精密度为 0.2%~3.8%。 **结论** 4 种前处理方法和 3 种测定方法均能满足食品中钾、钠的检测要求, 且无明显差异。密闭微波消解法和压力罐消解法更适合于钾、钠测定的前处理。在溶液酸度小于 5% 时, 对于低含量的钾、钠, 火焰原子吸收光谱法更为合适, 而对于高含量的钾、钠, 电感耦合等离子体发射光谱法更为合适。

**关键词:** 钾; 钠; 前处理

## Determination of potassium and sodium in common foods

HUANG Zhen-Bo<sup>1</sup>, HU Shu-Guang<sup>2</sup>, CAI Wen-Hua<sup>2</sup>, FAN Jian-Bin<sup>2</sup>, HUANG Wei-Xiong<sup>2</sup>, SU Zu-Jian<sup>2\*</sup>

(1. Center for Disease Control and Prevention of Heyuan City, Heyuan 517000, China; 2. Reference Laboratory of Heavy Metals of National Food Safety Risk Monitoring, Center for Disease Control and Prevention of Guangdong Province, Guangzhou 511430, China)

**ABSTRACT: Objective** To investigate pretreatment and determination methods of potassium and sodium in foods, aiming at the limitations of determination methods in current national standards. **Methods** After pretreated by 4 kinds of pretreatment methods, the potassium and sodium in common foods and certified reference materials were determined by 3 methods. Then the detection limit, precision and accuracy were also calculated and compared. **Results** The recoveries of 4 kinds of pretreatment methods of potassium and sodium were in the range of 84% to 112%, and the precisions were in ranged of 0.4% to 3.4%. The detection limits of the 3 kinds of determination methods of potassium and sodium were 1.79~10.7 mg/kg and 3.68~14.2 mg/kg, while the precisions ranged from 0.2% to 3.8%. **Conclusions** Four kinds of pretreatment methods and 3 kinds of determination methods could all meet the detection requirements of potassium and sodium in food and had no obvious differences. Closed microwave digestion and pressure tank digestion methods were more suitable for the determination of potassium and sodium. When solution acidity was less than 5%, flame atomic absorption spectroscopy (FAAS) was more suitable for the determination of low concentrations of potassium and sodium, and inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-OES) was more suitable for the determination of high concentrations of potassium and sodium.

**KEY WORDS:** potassium; sodium; pretreatment

\*通讯作者: 苏祖俭, 技师, 主要研究方向为食品安全。E-mail: 87589500@qq.com

\*Corresponding author: SU Zu-Jian, Technician, Reference Laboratory of Heavy Metals of National Food Safety Risk Monitoring, Center for Disease Control and Prevention of Guangdong Province, No.160, Qunxian Road, Panyu District, Guangdong 511430, China. E-mail: 875789500@qq.com

## 1 引言

钾和钠是人体必需的营养元素<sup>[1]</sup>,可以维持细胞渗透压,维持内环境稳定及电位活动及神经反射活动,过多或缺乏都会导致严重后果,而人体内的钾、钠必须通过进食或饮水摄入体内,因此,测定食品中钾、钠元素的含量就显得极其重要。目前与我国有关法律、法规和其他标准相关的食品钾、钠的测定方法主要有7项,共有3种测定方法。GB/T5009.91-2003<sup>[2]</sup>、GB/T15402-1994<sup>[3]</sup>、NY82.18-1988<sup>[4]</sup>采用火焰原子发射光谱法(FAES),GB/T18932.12-2002<sup>[5]</sup>采用火焰原子吸收光谱法(FAAS),GB/T18932.11-2002<sup>[6]</sup>、NY/T1653-2008<sup>[7]</sup>采用电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法,GB5413.21-2010<sup>[8]</sup>火焰原子吸收光谱法(第一法)、电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES,第二法)。国外标准食品钾、钠的测定方法主要有11项,共有2种测定方法。AOAC 963.13<sup>[9]</sup>、AOAC 987.02<sup>[10]</sup>、AOAC987.03<sup>[11]</sup>、AOAC 973.53<sup>[12]</sup>、AOAC 973.54<sup>[13]</sup>、EN14109-2003<sup>[14]</sup>、EN14108-2009<sup>[15]</sup>、EN15505-2008<sup>[16]</sup>采用火焰原子吸收光谱法, AOAC 984.27<sup>[17]</sup>、EN15510-2007<sup>[18]</sup>、Elemental Analysis Manual:Section4.4: 2010<sup>[19]</sup>采用电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)。在国内标准中,前处理方法只有干灰化法与湿法消解法,较为单一,并且在消解时容易造成元素损失。因此,本研究在原有的干灰化法与湿法消解的基础上新增了密闭微波消解与压力罐消解法<sup>[20]</sup>。而在测定方法方面,本研究分别对火焰原子吸收光谱法、火焰原子发射光谱法和电感耦合等离子体发射光谱法进行研究和比对。

## 2 材料与方法

### 2.1 材料

大米、猪肉等(市售)。

### 2.2 试剂与仪器设备

钾标准溶液(国家有色金属及电子材料分析测试中心);

钠标准溶液(国家有色金属及电子材料分析测试中心);硝酸(优级纯,德国默克公司);高氯酸(优级纯,广州试剂厂);实验用水为二次去离子水(25℃);所有器皿均用10%硝酸浸泡过夜。

电感耦合等离子体发射光谱仪(5100,美国Agilent公司);原子吸收光谱仪(240FS,美国Varian公司)、恒温干燥箱(ED53,德国Binde公司);高压密闭微波消解系统(ETHOS UP, Milestone);电子天平(PB303-S,瑞士Mettler-Toledo公司);恒温赶酸仪(GST25-20,莱玻特瑞);石英坩埚。

### 2.3 原材料预处理

在采样和制备过程中,应避免试样污染。粮食、豆类去除杂物后,粉碎,储于塑料瓶中;蔬菜、水果、鱼类、肉类等样品,用水洗净,晾干,取可食部分,制成匀浆,储于塑料瓶中,及时称取测定;粉末状样品混匀后取样;饮料、酒、醋、酱油、食用植物油、液态乳等液体试样,摇匀后取样。

### 2.4 测定方法

#### 2.4.1 仪器工作条件

火焰原子发射光谱法需用标样最高点浓度校正波长。原子吸收光谱法和原子发射光谱法测定钾和钠的仪器条件分别见表1~3。

#### 2.4.2 标准曲线的制备

精确吸取适量钾、钠标准储备液,用硝酸溶液(V:V=5:95)逐级稀释配成标准溶液系列,各方法中钾、钠质量浓度见表4。

#### 2.4.3 样品消解。

##### (1)湿法消解

称取试样0.5~4g(精确至0.001g)或准确移取液体试样2.00~10.0mL于带刻度消化管中,加入10mL硝酸、0.5mL高氯酸,在可调式电热炉上消解(参考条件:120℃/0.5h~1h、升至180℃/2h~4h、升至200~220℃)。若消化液呈棕褐色,再加硝酸消解至有白烟产生,消化液呈无色透明或略带黄色。取出消化管,冷却后用水定容至25mL,再根据实际测定需要稀释。同时做试样空白试验。

表1 钾和钠火焰原子吸收光谱测定的仪器条件

Table 1 Flame atomic absorption spectrometry conditions for determination of potassium and sodium

元素	波长(nm)	狭缝(nm)	灯电流(mA)	燃烧器高度(mm)	燃气流量(L/min)
K	766.5	0.5	8	7.0	1.2
Na	589.0	0.5	8	7.0	1.1

表2 钾和钠火焰原子发射光谱测定的仪器条件

Table 2 Flame atomic emission spectrometry conditions for determination of potassium and sodium

元素	波长(nm)	狭缝(nm)	燃烧器高度(mm)	燃气流量(L/min)
K	766.5	0.5	7.0	1.2
Na	589.0	0.5	7.0	1.1

表 3 钾和钠电感耦合等离子体发射光谱测定的仪器条件

Table 3 Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry conditions for determination of potassium and sodium

元素	波长 (nm)	观测方式	功率 (W)	等离子体气流量 (L/min)	辅助气流量 (L/min)	雾化气流量 (L/min)	分析泵速 (mL/min)
K	766.49	径向	1150	15	0.5	0.65	1.0
Na	589.59	径向	1150	15	0.5	0.65	1.0

表 4 各种方法中钾、钠的标准溶液系列质量浓度

Table 4 Mass concentrations of potassium and sodium standard solution with different methods

测定方法	元素	单位	标准系列质量浓度				
			标样 1	标样 2	标样 3	标样 4	标样 5
火焰原子吸收光谱法	K	mg/L	0.500	1.00	2.00	3.00	4.00
	Na	mg/L	0.500	1.00	2.00	3.00	4.00
火焰原子发射光谱法	K	mg/L	0.500	1.00	2.00	3.00	4.00
	Na	mg/L	0.500	1.00	2.00	3.00	4.00
电感耦合等离子体发射光谱法	K	mg/L	0.500	1.00	2.00	5.00	10.0
	Na	mg/L	0.500	1.00	2.00	5.00	10.0

#### (2) 微波消解

称取试样 0.2~0.8 g(精确至 0.001 g)或准确移取液体试样 1.00~3.00 mL 于微波消解罐中, 加入 5 mL 硝酸, 按照微波消解的操作步骤消解试样。冷却后取出消解罐, 在电热板上于 140~160 °C 赶酸至 1.0 mL 左右。消解罐放冷后, 将消化液转移至 25 mL 容量瓶中, 用少量水洗涤消解罐 2~3 次, 合并洗涤液于容量瓶中并用水定容至刻度。根据实际测定需要稀释。同时做试样空白试验。

#### (3) 压力罐消解

称取试样 0.3~1 g(精确至 0.001 g)或准确移取液体试样 2.00~5.00 mL 于消解内罐中, 加入 5 mL 硝酸。盖好内盖, 旋紧不锈钢外套, 放入恒温干燥箱, 于 140~160 °C 下保持 4~5 h。冷却后缓慢旋松外罐, 取出消解内罐, 放在可调式电热板上于 140~160 °C 赶酸至 1.0 mL 左右。冷却后将消化液转移至 25 mL 容量瓶中, 用少量水洗涤内罐和内盖 2~3 次, 合并洗涤液于容量瓶中并用水定容至刻度, 混匀备用。再根据实际测定需要稀释。同时做试样空白试验。

#### (4) 干灰化法

称取试样 0.5~4 g(精确至 0.001 g)或准确移取液体试样 2.00~10.0 mL 于坩埚中, 小火加热, 炭化至无烟, 转移至马弗炉中, 于 550 °C 灰化 3~4 h。冷却, 取出。对于灰化不彻底的试样, 加数滴硝酸, 小火加热, 小心蒸干, 再转入 550 °C 高温炉中, 继续灰化 1~2 h, 至试样呈白灰状, 冷却, 取出, 用适量硝酸溶液(v:v=1:1)溶解转移至刻度管中, 用水定容至 25 mL, 再根据实际测定需要稀释。同时做试

样空白试验。

#### 2.4.4 试样测定

将标准系列溶液按浓度由低到高的顺序分别导入火焰原子化器/电感耦合等离子体发射光谱仪后测其吸光度值/发射强度, 以浓度为横坐标, 吸光度值/发射强度为纵坐标, 制作标准曲线。

在与测定标准溶液相同的实验条件下, 将空白溶液和样品溶液分别导入原子化器测其吸光度值/发射强度, 与标准系列比较定量。

## 3 结果与分析

### 3.1 硝酸浓度对测定的影响

分别用 1%、5%、10%、15%、20%、25%、30% 浓度的硝酸溶液配置成 1.00 mg/L 钾、钠标准溶液, 以 1% 硝酸溶液配制的标准溶液为参照, 与不同浓度硝酸配置溶液相比较, 考察酸度的影响效应(简称酸效应), 结果见图 1、图 2。结果表明, 酸度对电感耦合等离子体发射光谱法测定钾和钠、火焰发射光谱法测定钾、火焰原子吸收光谱测定钠均无明显影响, 即使酸度增大到 30%, 结果波动均在 5% 之内。硝酸酸度对火焰原子吸收光谱法测定钾产生负干扰, 当硝酸酸度达到 15% 时, 测定钾的回收率下降至 87%; 对火焰原子发射光谱法测定钠产生正干扰, 当硝酸酸度达到 20% 时, 测定钠的回收率上升至 112%。因此, 标准溶液系列与样品的酸度应尽量保持一致, 硝酸浓度控制在 5% 以内比较合适。

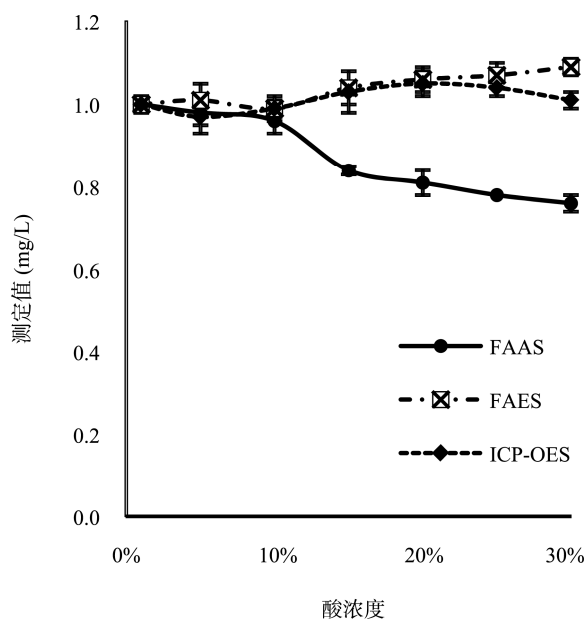


图1 酸度对钾测定的影响

Fig. 1 Effect of acidity on the determination of potassium

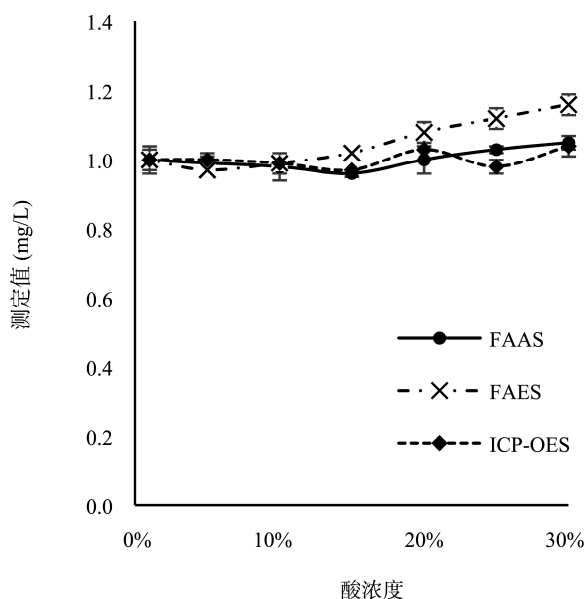


图2 酸度对钠测定的影响

Fig. 2 Effect of acidity on the determination of sodium

### 3.2 方法检出限的确定

制备21份消化空白上机测定,根据检出限(LOD)及定量限(LOQ)计算方法  $LOD=3sd/b$  和  $LOQ=10sd/b$  ( $b$  为工作曲线斜率),即以仪器响应值的3倍和10倍标准偏差除以工作曲线斜率,再以0.5 g取样量,定容至25 mL,得出检出限和定量限,结果见表5。结果表明,3种测定方法的检出限和定量限均满足食品中钾、钠的测定。对于钾的测定,火焰原子吸收光谱法和火焰原子发射光谱的检出限相近,且均低于电感耦合等离子体发射光谱法。对于钠的测定,火焰原子吸收光谱法和火焰原子发射光谱的检出限也相近,且均高于电感耦合等离子体发射光谱法。

### 3.3 样品的前处理

采用4种消解方式,随机选择某大米和猪肉样品,分别平行制备7次,采用火焰原子发射光谱法测定样品中钾、钠的含量,计算相对标准偏差(RSD)。在这2种样品中分别加入高、中和低浓度的标准溶液,测定样品的加标回收率,结果如表6和表7。该方法测定食品中钾、钠的平均回收率为84%~112%,精密度的0.4%~3.4%,其中微波消解与压力罐消解结果各项测定数据符合GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范食品理化检测》的技术要求(回收率范围:95%~105%;精密度范围:3.8%)<sup>[21]</sup>。但采用干灰化前处理的结果回收率偏低,而湿法采用湿法消解所得的结果回收率偏高。采用4种消解方式,测定2种标准物质的结果,如表8、9所示,两两数据经配对 $t$ 检验, $P$ 值均大于0.05,显示4种前处理方法测定结果之间没有显著性差异。

### 3.4 3种测定方法的比对结果

选择11种标准物质,采用微波消解分别平行制备7个样品,利用3种测定方法测定样品中钾和钠的含量,计算相对标准偏差(RSD),结果如表10和11。3种方法测定标准物质中钾、钠的结果均在其标示的不确定范围内,方法的精密度为0.2%~3.8%,符合GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范食品理化检测》的技术要求。针对所得结果进行两两数据配对 $t$ 检验,所得 $P$ 值均大于0.05,表明3种测定方法测定食品中钾、钠无显著性差异。但从数据的精密度分析,火焰原子发射光谱法的精密度均较火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体发射光谱法差。

表5 钾、钠的方法检出限 ( $n=21$ )Table 5 Detection limits of potassium and sodium ( $n=21$ )

测定方法	元素	空白均值(mg/L)	标准差(mg/L)	LOD(mg/L)	LOQ(mg/L)	LOD(mg/kg)	LOQ(mg/kg)
火焰原子吸收光谱法	K	0.031	0.0036	0.011	0.036	0.54	1.79
	Na	0.126	0.0272	0.082	0.272	4.02	13.6
火焰原子发射光谱法	K	0.028	0.0038	0.011	0.038	0.57	1.90
	Na	0.097	0.0283	0.085	0.283	4.24	14.2
电感耦合等离子体发射光谱法	K	0.121	0.0214	0.064	0.214	3.02	10.7
	Na	0.134	0.0074	0.022	0.074	1.08	3.68

表6 4种前处理方式测定样品中钾的回收率和精密度( $n=7$ )  
Table 6 Recovery and precision of potassium in samples by 4 kinds of pretreatment methods ( $n=7$ )

消解方式	加标值 mg/kg	大米				猪肉			
		本底值 mg/kg	RSD %	测定均值 mg/kg	平均回收率 %	本底值 mg/kg	RSD %	测定均值 mg/kg	平均回收率 %
干灰化	100			1129	90			2057	86
	200	1037	1.7	1218	87	1987	1.6	2186	92
	500			1455	92			2454	88
湿消解法	100			1137	96			2114	99
	200	1058	1.5	1239	98	2085	0.6	2296	96
	500			1560	102			2514	107
微波消解	100			1139	98			2107	106
	200	1045	0.4	1256	102	2002	0.7	2202	100
	500			1554	95			2601	101
高压罐消解	100			1139	96			2109	101
	200	1042	0.6	1241	101	2011	1.1	2211	100
	500			1564	109			2496	97

表7 4种前处理方式测定样品中钠的回收率和精密度( $n=7$ )  
Table 7 Recovery and precision of sodium in samples by 4 kinds of pretreatment methods ( $n=7$ )

消解方式	加标值 mg/kg	大米				猪肉			
		本底值 mg/kg	RSD %	测定均值 mg/kg	平均回收率 %	本底值 mg/kg	RSD %	测定均值 mg/kg	平均回收率 %
干灰化	10.0			38.7	86			781	84
	20.0	30.2	3.4	47.6	87	772	2.9	795	87
	40.0			66.6	88			808	90
湿消解法	10.0			41.1	92			811	98
	20.0	35.7	1.3	52.6	99	795	1.5	820	104
	40.0			70.3	96			855	111
微波消解	10.0			45.8	106			796	100
	20.0	32.1	1.6	56.1	102	783	1.2	812	99
	40.0			73.2	98			839	107
高压罐消解	10.0			42.7	101			802	98
	20.0	31.3	1.1	52.2	104	789	0.9	816	96
	40.0			70.1	102			832	102

表8 2种标准物质中钾的测定结果( $n=7$ )  
Table 8 Determination of potassium in 2 kinds of reference materials ( $n=7$ )

消解方式	GBW 10018 鸡肉			GBW 10015 菠菜		
	参考值 g/100 g	测定均值 g/100 g	RSD%	参考值 g/100 g	测定均值 g/100 g	RSD%
干灰化		1.40	0.9		2.41	1.2
湿法消解	1.46±0.07	1.51	0.3	2.49±0.11	2.55	0.1
微波消解		1.48	0.4		2.51	0.5
高压罐消解		1.47	0.5		2.52	0.5

表9 2种标准物质中钠的测定结果( $n=7$ )  
Table 9 Determination of sodium in 2 kinds of reference materials ( $n=7$ )

消解方式	GBW 10018 鸡肉			GBW 10015 菠菜		
	参考值 g/100 g	测定均值 g/100 g	RSD%	参考值 g/100 g	测定均值 g/100 g	RSD%
干灰化	0.144±0.009	0.138	3.4	1.50±0.06	1.45	1.8
湿法消解		0.150	1.2		1.53	0.6
微波消解		0.147	2.0		1.48	0.9
高压罐消解		0.143	1.3		1.50	0.3

表10 3种测定方法测定样品中钾的回收率和精密度( $n=7$ )  
Table 10 Recovery and precision of potassium in samples determined by 3 kinds of methods ( $n=7$ )

标准物质号/名称	参考值 g/100 g	火焰原子吸收光谱法		火焰原子发射光谱法		电感耦合等离子体发射光谱法	
		测定均值 g/100 g	RSD%	测定均值 g/100 g	RSD%	测定均值 g/100 g	RSD%
GBW10012 玉米	0.192±0.007	0.190	1.2	0.195	1.4	0.191	1.1
GBW10014 圆白菜	1.55±0.06	1.57	0.9	1.56	1.2	1.58	1.1
GBW10015 菠菜	2.49±0.11	2.49	0.6	2.47	0.9	2.60	0.5
GBW10018 鸡肉	1.46±0.07	1.50	1.5	1.45	2.2	1.40	2.1
GBW10019 苹果	0.77±0.04	0.77	2.2	0.75	2.1	0.80	1.6
GBW10021 豆角	2.26±0.06	2.31	0.2	2.31	0.8	2.27	0.4
GBW10022 蒜粉	1.14±0.05	1.16	0.8	1.11	0.7	1.13	0.2
GBW10024 扇贝	1.15±0.06	1.16	1.1	1.15	1.2	1.13	0.8
GBW10051 猪肝	0.66±0.03	0.65	1.2	0.64	0.9	0.66	1.0
GBW10052 绿茶	1.55±0.07	1.52	0.6	1.58	0.8	1.56	0.7
GBW08552 猪肉	1.40±0.06	1.38	1.7	1.45	1.0	1.43	0.9
GBW080684 大米	0.106±0.007	0.110	3.6	0.11	3.3	0.105	2.6

表11 3种测定方法测定样品中钠的回收率和精密度( $n=7$ )  
Table 11 Recovery and precision of sodium in samples determined by 3 kinds of methods ( $n=7$ )

标准物质号/名称	参考值 g/100 g	火焰原子吸收光谱法		火焰原子发射光谱法		电感耦合等离子体发射光谱法	
		测定均值 g/100 g	RSD%	测定均值 g/100 g	RSD%	测定均值 g/100 g	RSD%
GBW 10012 玉米	(0.0010)	0.0014	3.3	0.0006	4.5	0.0015	3.1
GBW 10014 圆白菜	1.09±0.06	1.03	1.3	1.05	1.2	1.12	1.0
GBW 10015 菠菜	1.50±0.06	1.46	1.2	1.55	1.7	1.48	0.9
GBW 10018 鸡肉	0.144±0.009	0.144	2.6	0.139	3.0	0.143	2.5
GBW 10019 苹果	0.116±0.009	0.108	2.1	0.112	2.0	0.123	1.7
GBW 10021 豆角	0.081±0.009	0.089	2.8	0.081	2.6	0.083	2.6
GBW 10022 蒜粉	0.095±0.013	0.085	3.1	0.095	3.0	0.101	2.8
GBW 10024 扇贝	0.46±0.04	0.44	1.7	0.47	1.6	0.47	1.6
GBW 10051 猪肝	0.163±0.010	0.172	2.1	0.162	2.3	0.159	2.0
GBW 10052 绿茶	0.010±0.001	0.0108	3.5	0.0101	4.2	0.0096	3.8
GBW 08552 猪肉	0.202±0.007	0.201	2.7	0.199	1.9	0.209	1.6
GBW 080684 大米 (mg/kg)	8.0±1.0	7.9	3.3	8.1	4.1	7.1	3.6

## 4 结论与讨论

### 4.1 前处理方法的确定

目前在国内食品中钾、钠的测定的标准中前处理方法只有干灰化法与湿法消解,样品前处理较为单一。然而事实上,钾、钠在食品中含量均较高,微波消解法、压力罐消解法、湿法消解和干灰化法4种消解方式均适用于食品中钾、钠测定的前处理。且密闭微波消解法和压力罐消解法更适合于钾、钠测定的前处理。

湿消解法在目前实验室工作中占大多数,其设备简单普遍,操作简便安全,结果重现性好、适应性强,而且能做到多样品同时自动化处理<sup>[22]</sup>。但是湿法消解难以避免采用玻璃仪器作为消解容器,而玻璃仪器的一般材质是石灰料玻璃,其本底钾、钠含量均较高<sup>[23]</sup>,造成污染。因此,在采用湿法消解时,可选择使用本底较低的石英玻璃的器皿并在消解完成后尽快将溶液转移至塑料容器中。

干灰化法是利用高温对样品进行分解,其优点有:步骤简单,易于操作并可同时处理大量样品;样品分解彻底,样品溶液酸度低。但实验室常用的陶瓷坩埚也有较高的钾、钠本底,且干灰化法需要在较高的温度下进行,往往带入较大的坩埚材料及碱金属盐类<sup>[24]</sup>,从而对后续钾、钠的测定带来干扰。因此,对干灰化法对食品中的钾、钠进行前处理时,可选择使用石英或金属材质的坩埚作为灰化容器。

另外,传统的湿法消解及干灰化法为敞开式消解,消解过程易受到污染或损失,消化空白较高,因此,本方法提出在国标原有的方法的基础上,加入采用密闭微波消解法和压力罐消解法。密闭微波消解法和压力罐消解法属于密闭消解方法,酸加入量少、空白低、污染少,是样品前处理的首选方法。因此,微波消解法和压力罐消解法也适用于食品中钾、钠的测定,而具体选择何种消化方式需视实际样品而定<sup>[25]</sup>。

### 4.2 测定方法的确定

针对于2种原子光谱而言,原子发射光谱是测定待测元素激发的辐射强度,原子吸收光谱是测定待测原子蒸气对光源共振线的吸收强度。发射光谱谱线多,由谱线重叠引起的光谱干扰相对较大,受火焰燃烧头高度(即燃烧温度)影响较敏感;原子吸收光谱法共振吸收线的谱线数目比发射线少,因而光谱干扰也较少。相对吸收法来说,发射法的影响因素较多,测量的浓度范围较窄。而在火焰原子吸收光谱法中,如采用钾、钠的共振线作为分析线,则灵敏度过高,同样不利于钾、钠含量高的样品的检测,因此采用火焰原子吸收光谱法测定高含量钾、钠使可采用次灵敏性线作为分析线以降低测定的灵敏度<sup>[26]</sup>。但从整体看,火焰原子吸收光谱法还是略优于火焰原子发射光谱法。

而电感耦合等离子体发射光谱法采用电感耦合等离子体作为离子化器,具有环形结构、温度高、电子密度高、惰性气氛等特点,用它做激发光源具有检出限低、线性范围广、电离和化学干扰少、准确度和精密度高分析性能。而且电感耦合等离子体发射光谱法线性范围较宽,上机溶液稀释倍数较少,能降低稀释过程带来的干扰。

因此,对于钾、钠含量较低( $<0.1$  g/kg)的样品,可采用灵敏度较高的火焰原子吸收光谱法,既能提高测定的稳定性,也能避免因稀释倍数过大而造成干扰;而对于钾、钠含量较高( $>0.1$  g/kg)的样品,则可以选择电感耦合等离子体发射光谱法,可降低上机溶液的稀释倍数,以减少稀释过程带来的影响。

## 5 结语

本研究分别采用湿法消解、干灰化法、微波消解和压力罐消解对普通食品和国家标准物质进行前处理,并采用火焰原子吸收光谱法、火焰原子发射光谱法和电感耦合等离子体发射光谱法对其中的钾、钠含量进行测定。结果表明,4种前处理方式和3种测定方法均适用于食品中钾、钠的测定,且密闭微波消解法和压力罐消解法更适合于钾、钠测定的前处理。此外,实验结果表明,当上机溶液酸浓度大于某程度时,酸度对实验测定造成干扰。在上机溶液酸度不超过5%的情况下,火焰原子吸收光谱法更合于低含量钾、钠( $<0.1$  g/kg)的测定,而电感耦合等离子体发射光谱法更合于高含量钾、钠( $>0.1$  g/kg)的测定。

### 参考文献

- [1] 季桂沅. 病理生理学[M]. 北京: 人民卫生出版社, 2010.  
Ji GY. Pathology and physiology [M]. Beijing: People's Medical Publishing House, 2010.
- [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].
- [3] GB/T 15402-1994 水果、蔬菜及其制品钠、钾含量的测定[S].  
GB/T 15402-1994 Fruits, vegetables and derived products & determination of sodium and potassium [S].
- [4] NY 82.18-1988 果汁测定方法钾和钠的测定[S].  
NY 82.18-1988 Determination for fruit juices & determination of sodium and potassium [S].
- [5] GB/T 18932.12-2002 蜂蜜中钾、钠、钙、镁、锌、铁、铜、锰、铬、铅、镉含量的测定方法原子吸收光谱法[S].  
GB/T 18932.12-2002 Determination of potassium, sodium, calcium, magnesium, zinc, iron, copper, manganese, chromium, lead and cadmium in honey by atomic absorption spectrometry [S].
- [6] GB/T 18932.11-2002 蜂蜜中钾、磷、铁、钙、锌、铝、钠、镁、硼、锰、铜、钡、钛、钒、镍、钴、铬含量的测定方法电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法[S].  
GB/T 18932.11-2002 Methods for determination of potassium, phosphorus, iron, calcium, zinc, aluminum, sodium, magnesium, boron, manganese, copper, barium, titanium, vanadium, nickel, cobalt and chromium in honey

- by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (ICP-AES) method [S].
- [7] NY/T 1653-2008 蔬菜、水果及制品中矿质元素的测定电感耦合等离子体发射光谱法[S].  
NY/T 1653-2008 Determination of mineral elements in vegetables, fruits and products by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry [S].
- [8] GB 5413.21-2010 食品安全国家标准婴幼儿食品和乳品中钙、铁、锌、钠、钾、镁、铜和锰的测定[S].  
GB 5413.21-2010 National food safety standards: Determination of calcium, iron, zinc, sodium, potassium, magnesium, copper and manganese in infant food and dairy products [S].
- [9] AOAC Official Method 963.13. Potassium and sodium in wines flame spectrophotometric method first action 1963 final action 1964 [S].
- [10] AOAC Official Method 987.02. Potassium in beer atomic absorption spectrophotometric method first action 1987 [S].
- [11] AOAC Official Method 1987.03. Sodium in beer atomic absorption spectrophotometric method first action 1987 [S].
- [12] AOAC Official Method 973.53. Potassium in Water Atomic Absorption Spectrophotometric Method First Action 1973 [S].
- [13] AOAC Official Method 973.54 Sodium in Water Atomic Absorption Spectrophotometric Method First Action 1973 [S].
- [14] EN 14109-2003 Fat and oil derivatives – Fatty acid methylesters (FAME) –Determination of potassium content by atomic absorption spectrometry [S].
- [15] EN 14108-2009 Fat and oil derivatives – Fatty acid methylesters (FAME) –Determination of sodium content by atomic absorption spectrometry [S].
- [16] EN 15505-2008 Foodstuffs - determination of trace elements - determination of sodium and magnesium by flame atomic absorption spectrometry (AAS) after microwave digestion [S].
- [17] AOAC 984.27 AOAC Official Method 984.27 Calcium, copper, iron, magnesium, manganese, phosphorus, potassium, sodium, and zinc in infant formula inductively coupled plasma emission spectroscopic method first action 1984 final action 1986 [S].
- [18] EN 15510:2007 Animal Feeding stuffs. Determination of calcium, sodium, phosphorus, magnesium, potassium, iron, zinc, copper, manganese, cobalt, molybdenum, arsenic, lead and cadmium by ICP-AES [S].
- [19] The US Food and Drug Administration. Laboratory methods - elemental analysis manual: section 4.4 inductively coupled plasma-atomic emission spectrometric determination of elements in food using microwave assisted digestion [S].
- [20] 林凯, 刘桂华, 张慧敏, 等. 火焰原子发射光谱法测定食品中钾和钠含量的方法改进[J]. 应用预防医学, 2015, 12(6): 391–395.  
Lin K, Liu GH, Zhang HM, *et al.* Improvement of determination for the content of potassium and sodium in food by flame atomic emission spectrometry [J]. *J Appl Prev Med*, 2015, 12(6): 391–395.
- [21] GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范食品理化检测[S].  
GB/T 27404-2008 Lab quality control specification for food physical and chemical testing [S].
- [22] 胡曙光, 苏祖俭, 黄伟雄, 等. 食品中重金属元素痕量分析消解技术的进展与应用[J]. 食品安全质量检测学报, 2014, 5(5): 1270–1278.  
Hu SG, Su ZJ, Huang WX, *et al.* Progress and application in the digestion technology of trace heavy metal elements determination in food [J]. *J Food Saf Qual*, 2014, 5(5): 1270–1278.
- [23] 西北轻工业学院. 玻璃工艺学[M]. 北京: 中国轻工业出版社, 1997.  
Northwest Institute of Light Industry. Glass technology [M]. Beijing: China Light Industry Press, 1997.
- [24] 刘立诚. 应用聚四氟乙烯坩埚快速测定土壤矿质全量的初步试验[J]. 土壤通报, 1984, (1): 45–47.  
Liu LC. A preliminary test for the rapid determination of the total amount of mineral in soil by the application of PTFE crucible [J]. *Chin J Soil Sci*, 1984, (1): 45–47.
- [25] 吕光, 商博东. 高压消解-火焰原子吸收法同时测定婴幼儿奶粉中钾钠及空白控制[J]. 中国卫生检验, 2013, 23(2): 515–516.  
Lv G, Shang BD. Simultaneous determination of potassium and sodium in infant formula and blank control by high pressure digestion flame atomic absorption spectrometry [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2013, 23(2): 515–516.
- [26] 包先金. 次灵敏线火焰原子吸收法测定食品中钠钾镁的含量[J]. 中国卫生检验, 2013, 23(11): 2554–2555.  
Bao XJ. Determination of sodium, potassium and magnesium in food by flame atomic absorption spectrometry [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2013, 23(11): 2554–2555.

(责任编辑: 李振飞)

## 作者简介



黄振波, 工程师, 主要研究方向为食品风险监测。  
E-mail: 64933243@qq.com



苏祖俭, 技师, 主要研究方向为食品风险监测。  
E-mail: 875789500@qq.com