

岛津能量色散 X 射线荧光分析奶粉中营养元素

EDX-022

摘要：对营养元素的检测是奶粉检测的重要项目，一般使用 ICP-AES 或 AAS 进行分析。为了简化样品前处理，提高测试效率，使用能量色散 X 射线荧光建立了奶粉中营养元素的分析方法。该方法制样简便、操作方便、测试快捷，在现有的化学分析外提供了更好的选择。

关键词：奶粉 营养元素 能量色散型 X 射线荧光分析仪 (EDX)

奶粉中营养成分十分丰富，包含蛋白质类、脂类、碳水化合物以及矿物质及微量元素等。其中钠、镁、磷、氯、钾和钙等元素为主要无机元素。磷存在于人体所有细胞中，是维持骨骼和牙齿的必要物质，几乎参与所有生理上的化学反应。钾是人体肌肉组织和神经组织中的重要成分之一，可以调节细胞内适宜的渗透压和体液的酸碱平衡，参与细胞内糖和蛋白质的代谢。镁元素是参与生物体正常生命活动及新陈代谢过程必不可少的元素。钙是宝宝骨骼发育的重要动力，促进骨骼发育和长成。钠是细胞外液中带正电的主要离子，参与水的代谢，保证体内水的平衡。氯是人体必需常量元素之一，是维持体液和电解质平衡中所必需的成分。微量元素锰、铁、铜和锌虽然浓度低，却是人体所必需：锰可促进骨骼的

生长发育、保护细胞中线粒体的完整、保持正常的脑功能、维持正常的糖代谢和脂肪代谢并可改善机体的造血功能；铁参与血红蛋白的制造，是宝宝身体产生氧分的不可少的一部分；铜是人体必需的微量矿物质，缺乏铜会引起贫血，毛发异常，骨和动脉异常，以至脑障碍；锌促进人体的生长发育，是脑细胞生长的关键、维持人体正常食欲、增强人体免疫力。

对于奶粉中这些营养元素的检测，一般使用 ICP 或者 AAS 这些高灵敏度的化学分析方法。但样品量增大时，样品的前处理带来大量的工作量，本试验使用 EDX 建立了奶粉中营养元素的分析方法，不需要消解等前处理，仅压制为片状后直接测试，可显著提高分析效率。

■ 实验部分

1.1 仪器

EDX-8100 能量色散型 X 射线荧光分析仪



1.2 测试条件

电压：0~50 kV

电流：0-1000 mA 自动

氛围：真空

滤光片：1#~5#

准直器：10 mm

积分时间：100~300 s

1.3 样品

样品性状：奶粉，白色粉末。



图1 测试样品状态图



图2 样品压片状态图

1.4 样品前处理

EDX：将粉末样品压制成片状后放入仪器样品仓，在真空下进行测试。

■ 结果与讨论

2.1 校准曲线

使用三个标准样品和五个经化学测定的样品作为校准样品建立工作曲线。校准样品含量情况如表 1。对 Ca、Na、Mg、P 等七个主量营养元素，以及 Mn、Fe、Cu 和 Zn 这四种微量元素分别建立了校准曲线。考虑到化学测定值与标准样品值的差异，各元素的校准曲线均有不错的线性关系，当标准样品更完善时，校准曲线可有更好的效果。

表1 校准样品含量表

样品名称	Na %	Mg %	P %	S %	Cl %	K %	Ca %	Mn ppm	Fe ppm	Cu ppm	Zn ppm
ERM-BD150	0.418	0.126	1.1	—	0.97	1.7	1.39	0.29	4.6	1.08	44.8
乳清粉标样	0.06	0.013	—	—	—	0.145	0.041	0.25	—	0.80	—
婴儿粉标样	0.205	0.035	0.289	—	0.401	0.55	0.385	0.95	53.3	3.77	50.4
化学定值 1	0.279	0.068	0.467	0.231	—	0.736	0.710	0.96	75.1	3.93	48.3
化学定值 2	0.182	0.055	0.439	0.194	—	0.895	0.847	9.00	68.4	5.00	71.7
化学定值 3	0.136	0.038	0.287	0.136	—	0.496	0.452	0.56	39.5	3.72	37.3
化学定值 4	0.227	0.056	0.409	0.175	—	0.805	0.604	1.29	72.15	4.01	44.4
化学定值 5	0.231	0.090	0.583	0.18	—	0.835	0.863	0.93	72.2	3.58	44.7

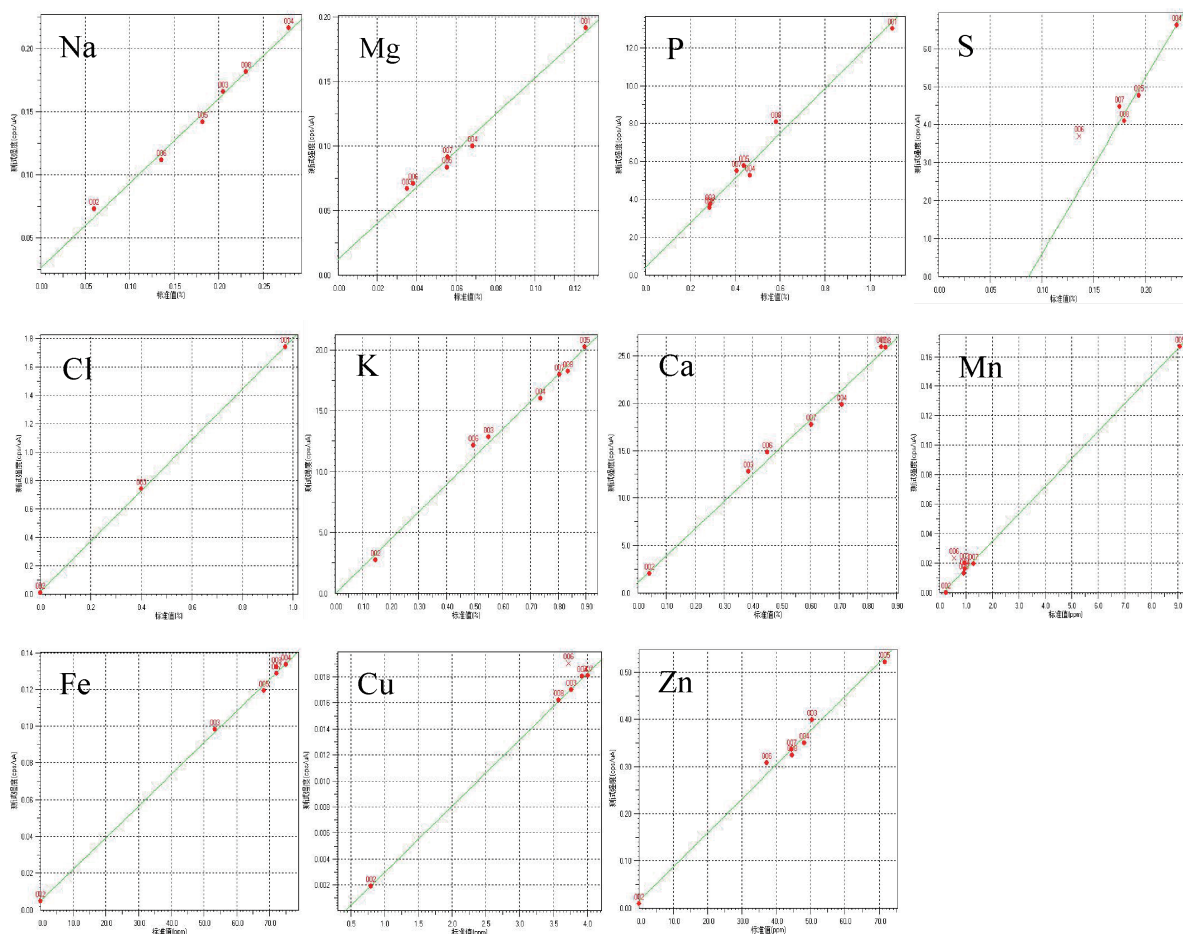


图3 各元素校准曲线

2.2 检出限和重复性

选择各元素含量最低的乳清粉标样进行七次重复测试，以三倍标准偏差评估方法检出限。选择化学定值样 2# 静置测试十次，重复性如表 3。除 Mg 和 Mn 外，各元素变异系数均在 5% 以内，该样品中 Mg 和 Mn 含量较低，均在检出限附近。因乳品行业习惯以 mg/100g 评估营养元素浓度，在表 2 中以两种单位给出检出限。

表2 各元素检出限

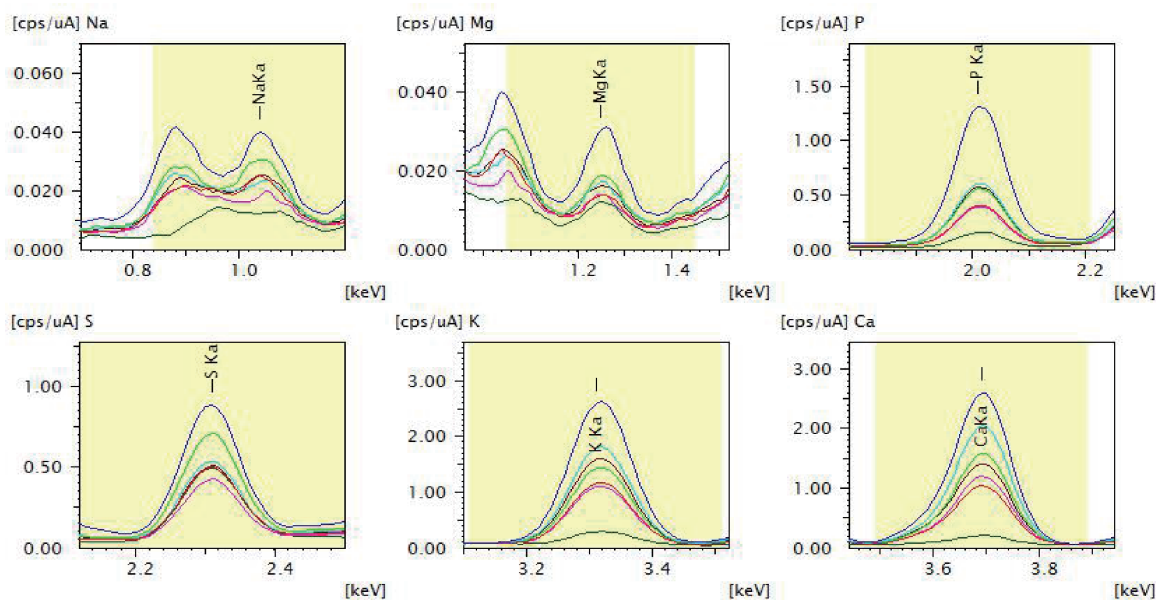
元 素	Na	Mg	P	S	Cl	K	Ca	Mn	Fe	Cu	Zn
	mg/100g	mg/100g	mg/100g	mg/100g	mg/100g	mg/100g	mg/100g	ug/100g	mg/100g	ug/100g	mg/100g
检出限	6.3	1.5	1.8	1.2	1.7	1.2	2.7	0.06	0.18	0.04	0.06
	%	%	%	%	%	%	%	ppm	ppm	ppm	ppm
检出限	0.0063	0.0015	0.0018	0.0012	0.0017	0.0012	0.0027	0.59	1.80	0.36	0.60

表3 化学定值样2#的十次重复测试结果

样品名称	Na %	Mg %	P %	S %	Cl %	K %	Ca %	Mn ppm	Fe ppm	Cu ppm	Zn ppm
01	0.162	0.057	0.465	0.193	0.562	0.915	0.88	10.2	69.1	4.6	71.3
02	0.17	0.059	0.465	0.192	0.565	0.915	0.88	8.2	68.8	4.2	72.5
03	0.182	0.052	0.469	0.192	0.566	0.916	0.879	9.6	67.3	4.3	72.6
04	0.18	0.061	0.465	0.193	0.563	0.919	0.884	8.2	66.7	4.4	71.6
05	0.167	0.057	0.469	0.193	0.567	0.92	0.883	10.3	67.2	4.2	72.2
06	0.181	0.058	0.469	0.192	0.565	0.919	0.88	9.1	67.7	4.4	72.4
07	0.184	0.066	0.47	0.194	0.563	0.92	0.885	9	66.9	4.1	71.8
08	0.177	0.057	0.468	0.193	0.57	0.918	0.882	9.1	66.9	4.5	71.5
09	0.185	0.057	0.467	0.192	0.569	0.921	0.881	8.9	66.2	4.6	72.6
10	0.17	0.055	0.466	0.193	0.563	0.922	0.885	10.3	66.2	4.2	72.5
平均值	0.176	0.057	0.467	0.192	0.565	0.918	0.881	9.29	67.3	4.4	72.1
标准偏差	0.008	0.003	0.001	0.0007	0.002	0.002	0.002	0.792	0.986	0.178	0.501
变异系数(%)	4.53	6.38	0.42	0.35	0.48	0.27	0.25	8.53	1.47	4.09	0.70

2.3 测试谱图

将各校准样品中元素的测试谱图叠加，得到如图 4. 的对比谱图。各元素谱峰清晰无干扰，且有明显的强度梯度，可以满足定量分析要求。同时提供了 Se 元素的测试谱图，由于含量低于 1 ppm，未能检测到谱峰。



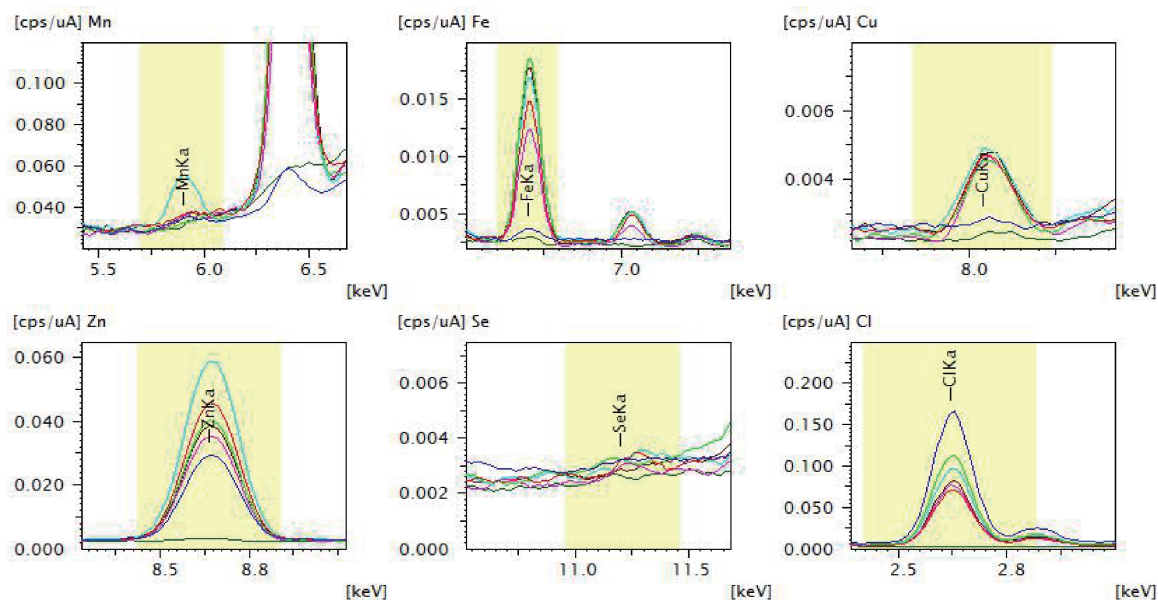


图4 校准样中各元素测试谱图

结论

本文使用能量色散型 X 射线荧光分析仪 (EDX) 建立了奶粉中十一种营养元素的分析方法。该方法具有良好的重复性, 检出限可以满足分析要求。由于不需要经过化学前处理, 只用简单压片, 可以显著提高制样简便性、操作灵活性和测试速度。