

离子色谱法测定奶粉中的总磷酸根

LC-417

摘要： 本文使用岛津抑制型离子色谱仪建立了奶粉中总磷酸盐的分析方法。方法采用氢氧化钾淋洗液和阴离子交换色谱柱，使用外标法定量，磷酸盐在 0.05 mg/L-20.0 mg/L 浓度范围内，线性相关系数大于 0.999，仪器检出限为 0.012 mg/L，仪器定量限为 0.040 mg/L。分别使用 0.05 mg/L、0.5 mg/L 和 5.0 mg/L 的标准溶液连续进样 6 针，保留时间的 RSD 在 0.002%~0.093% 之间，峰面积的 RSD 在 0.31%~1.85% 之间。奶粉中的三个浓度磷酸盐加标回收率在 84.90%~89.40% 之间。该方法满足《食品安全国家标准 GB 5009.256-2025 食品中多种磷酸盐的测定》方法要求，可为相关从业人员提供参考。

关键词： 离子色谱 奶粉 磷酸盐

技术特点：

- ❖ 仪器灵敏度高，在 HIC-ESP 上仪器定量限可低至 0.040 mg/L。
- ❖ 该法色谱分析时间短，仅需 12 分钟可完成一个样本的分析。

磷酸盐是食品中应用最广泛的食品添加剂之一，对食品品质的提高和改善起着重要作用，常作为水分保持剂、品质改良剂、乳化分散剂、缓冲剂、螯合剂、稳定剂、酸碱调节剂和发酵膨松剂等。但过量的磷酸盐不仅会影响产品的口感，同时，也影响人体对多种矿物质的吸收，从而引发如骨质疏松症、骨骼畸形等症状。因此，我国对于磷酸盐的添加有严格规定。其中，

GB 2760-2014《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》规定，根据食品种类的不同，磷酸盐的添加量一般在 1~20 g/kg 范围内。

本实验参考《食品安全国家标准 GB 5009.256-2025 食品中多种磷酸盐的测定》的第二法，使用岛津离子色谱仪建立了奶粉中总磷酸盐的检测方法，可为相关从业人员提供参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验使用岛津离子色谱仪 HIC-ESP，配置信息如下：

系统控制器：	CBM-20A	脱气机：	DGU-20A3
输液泵：	LC-20AD SP×2	自动进样器：	SIL-20AC XR
柱温箱：	CTO-20AC	抑制器：	SHY-A-6
检测器：	CDD-10A VP	色谱工作站：	Labsolutions Ver. 5.118

1.2 分析条件

色谱柱：	Dionex IonPac™ AS19 (250 mm×4.0 mm I.D.)		
流动相：	A: 100 mmol/L 氢氧化钾; B: 水		
进样体积：	100 μL	流速：	1 mL/min
柱温：	30°C	抑制电流：	120 mA
洗脱方式：	等度洗脱, A:B=35:65 (v/v)		

1.3 标准品溶液的配制

使用市售 1000 mg/L 的磷酸根标准溶液，准确量取适量用水稀释成 100 mg/L 磷酸根标准中间液。准确量取 100 mg/L 磷酸根标准中间液适量，用水配制成 0.05 mg/L、0.10 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、5.00 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L 的磷酸根标准系列工作液，临用现配。

1.4 样品前处理

参照《食品安全国家标准 GB 5009.256-2025 食品中多种磷酸盐的测定》的第二法，前处理流程见图 1。

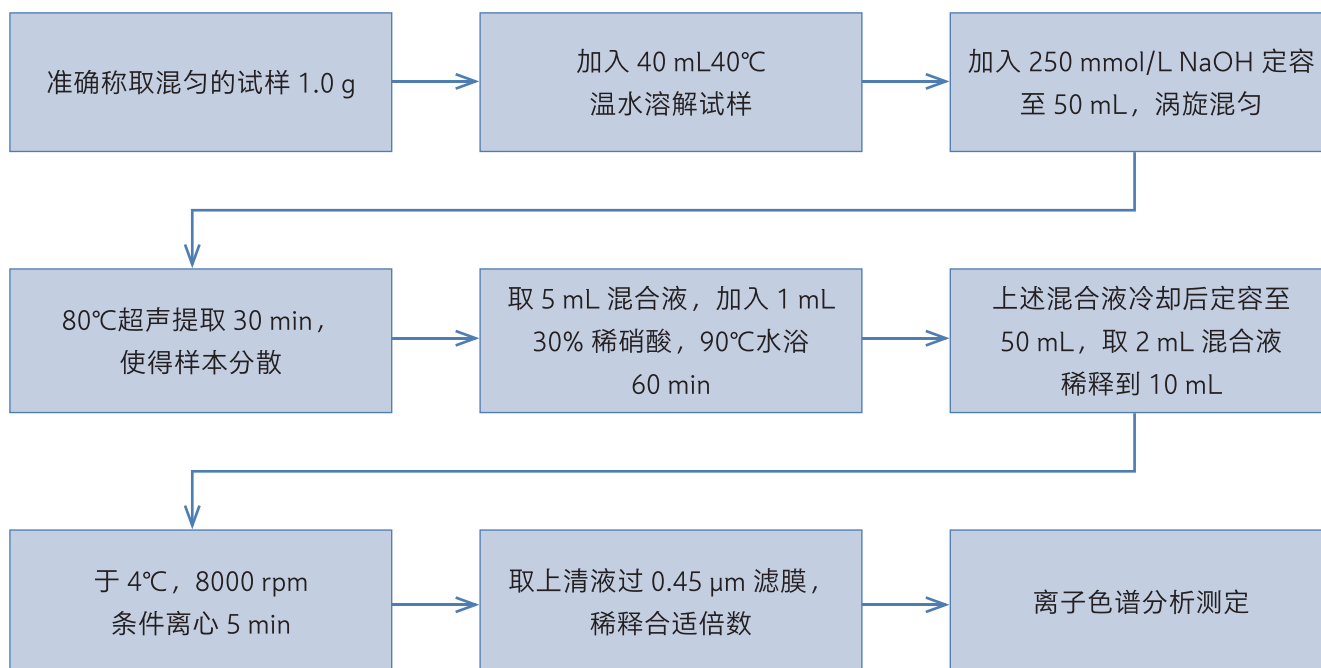


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

2.1 磷酸根离子标准溶液色谱图

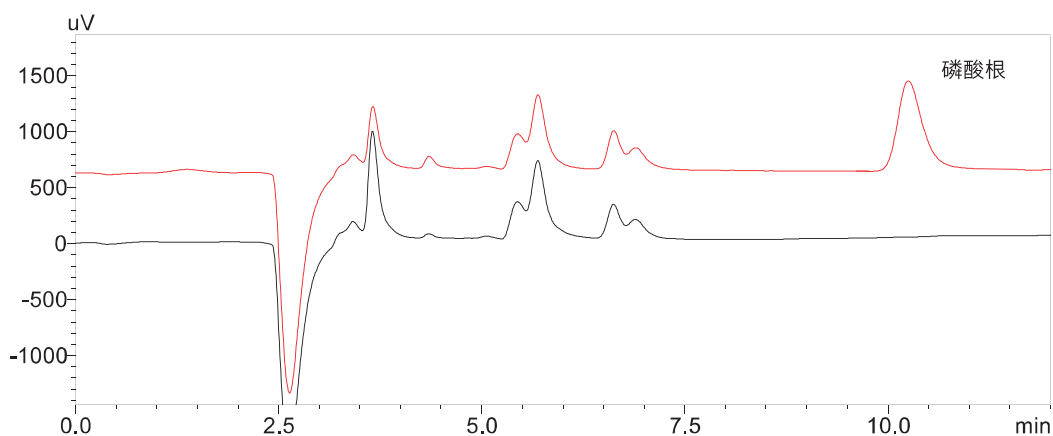
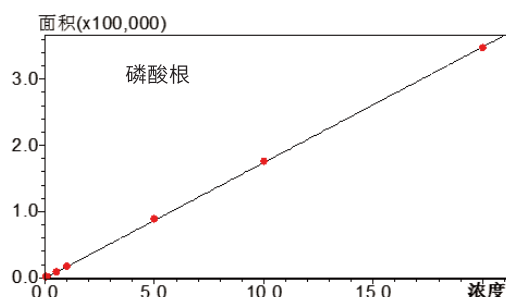


图 2 空白（黑色曲线）及磷酸根离子标准溶液（红色曲线）叠加色谱图（1.00 mg/L）

2.2 校准曲线、检出限和定量限

按照 1.2 项下分析条件，标准系列溶液按照浓度从低到高的顺序依次上机测定，以磷酸根离子的质量浓度为横坐标，其对应的峰面积为纵坐标，绘制校准曲线，磷酸根离子在 0.05 mg/L-20.0 mg/L 浓度范围内线性关系良好，相关系数 r 为 0.9999，各校准点准确度在 99.8%-101.4% 之间。根据最低浓度点标样数据，以 3 倍信噪比计算检出限，以 10 倍信噪比计算定量限，见图 3。



线性方程:	$Y = (17481.7)X - 158.982$
相关系数 R:	0.9999
准确度:	99.8%-101.4%
检测限 ($\mu\text{g/mL}$):	0.012
定量限 ($\mu\text{g/mL}$):	0.040

图 3 校准曲线及相关信息

2.3 精密度

取磷酸根标准溶液低 (0.05 mg/L)、中 (0.50 mg/L)、高 (5.00 mg/L) 3 个浓度水平，每个浓度水平连续进样 6 次，考察仪器的重复性。结果如表 1 所示，磷酸根的保留时间 RSD 在 0.002%-0.091% 之间，峰面积 RSD 在 0.31%-1.85% 之间，仪器精密度良好。

表 1 精密度结果 (n=6)

化合物名称	浓度水平 (mg/L)	保留时间 RSD (%)	峰面积 RSD (%)
磷酸根	0.05	0.091	1.85
	0.50	0.002	1.03
	5.00	0.003	0.31

2.4 实际样品测定及准确度测定

按照以上建立的方法对市售的奶粉进行测定，对样本过膜后稀释 10 倍上机，该样品中磷酸根的含量为 4.15 g/kg。其色谱图如图 4 所示。

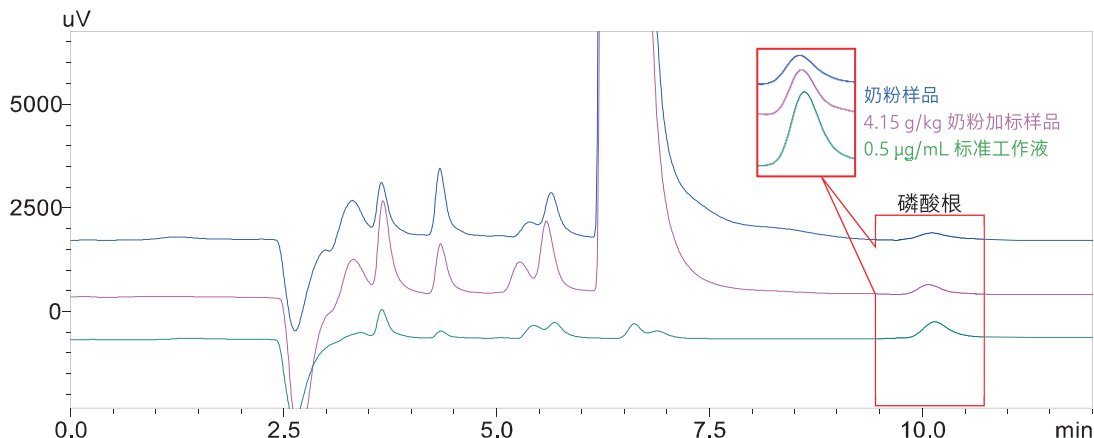


图 4 样品、加标 4.15 g/kg 奶粉样品和 0.5 $\mu\text{g/mL}$ 标准工作溶液的叠加色谱图

通过在奶粉中加标来考察方法的加标回收情况，向奶粉中分别添加样品含量为 2.50 g/kg、4.15 g/kg、5.85 g/kg 的 3 个浓度水平的磷酸根标准溶液，按照所建立的方法进行样品处理及测定。每个浓度水平重复 3 份平行样品，计算加标回收率和相对标准偏差（RSD）。结果如表 2 所示。

表 2 加标回收率 (n=3)

化合物名称	样本浓度 (g/kg)	浓度水平 (g/kg)	回收率 (%)	RSD (%)
磷酸根	4.15	2.50	89.4	0.42
		4.15	87.0	0.98
		5.80	84.9	1.41

■ 结论

本文使用岛津离子色谱仪，参考《食品安全国家标准 GB 5009.256-2025 食品中多种磷酸盐的测定》第二法，建立了奶粉中总磷酸根的分析方法，并进行了方法学考察。实验结果表明，该方法重现性好，专属性强，满足标准要求，可为相关从业人员提供参考。

岛津应用云

