

# 离子色谱法测定乳饮料中的四种磷酸盐

LC-405

**摘要：** 本文使用岛津抑制型离子色谱仪建立了乳饮料中四种磷酸盐的分析方法。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，四种磷酸盐在 0.3 mg/L-10 mg/L 浓度范围内，线性相关系数大于 0.999，仪器检出限均小于 0.057 mg/L，仪器定量限为 0.17 mg/L。使用 0.3 mg/L 的标准溶液分别连续进样 6 针，保留时间的 RSD 在 0.04%~0.26% 之间，峰面积的 RSD 在 1.42%~3.83% 之间。乳饮料中的四种磷酸盐加标回收率在 91.40%~109.68% 之间。该方法满足《GB 5009.256-2025 食品安全国家标准 食品中多种磷酸盐的测定（第一法）》方法要求，可为相关从业人员提供参考。

**关键词：** 离子色谱 乳饮料 磷酸盐

## 技术特点：

- ❖ 该法可同时测定四种磷酸盐，四种磷酸盐分离度高。
- ❖ 固相萃取法进行净化，净化效果好，回收率高。

磷酸盐是食品中应用最广泛的食品添加之一，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、pH 调节剂和发酵膨松剂等。但过量的多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《GB 5009.256-2025 食品安全国家标准 食品中多种磷酸盐的测定（第一法）》，使用岛津离子色谱仪建立了乳饮料中多种磷酸盐的检测方法，可为相关从业人员提供参考。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津离子色谱仪 HIC-ESP，配置信息如下：

系统控制器：CBM-20A

输液泵：LC-20AD SP×2

自动进样器：SIL-20AC XR

抑制器：SHY-A-6

脱气机：DGU-20A3

柱温箱：CTO-20AC

检测器：CDD-10A VP

色谱工作站：Labsolutions Ver. 5.118

### 1.2 分析条件

液相色谱条件

色谱柱：Dionex IonPac™ AS19 (250 mm×4.0 mm I.D.)

流动相：A: 100 mmol/L 氢氧化钾水溶液；B: 水

进样体积：50 μL

流速：1 mL/min

柱温：35℃

抑制电流：180 mA

洗脱方式：梯度洗脱，B 相初始浓度为 65%，时间程序见表 1

表 1 流动相梯度洗脱程序

Time(min)	Module	Command	Value
10.00	Pumps	Pump B Conc.	65
11.00	Pumps	Pump B Conc.	52
40.00	Pumps	Pump B Conc.	52
40.10	Pumps	Pump B Conc.	65
50.00	Controller	Stop	

### 1.3 标准品溶液的配制

分别称取焦磷酸钠、三偏磷酸钠、三聚磷酸钠适量，用水溶解，配制成 1000 mg/L 的标准溶液。准确量取正磷酸根、焦磷酸根、三偏磷酸根、三聚磷酸根标准溶液适量，用 10 mmol/L NaOH 稀释成 100 mg/L 混合标准溶液。分别取 100 mg/L 混合标准溶液适量，用 10 mmol/L NaOH 配制成 0.300 mg/L、1.00 mg/L、5.00 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L 的混合标准系列工作液。

### 1.4 样品前处理

参照《GB 5009.256-2025 食品安全国家标准 食品中多种磷酸盐的测定（第一法）》，前处理流程见图 1。

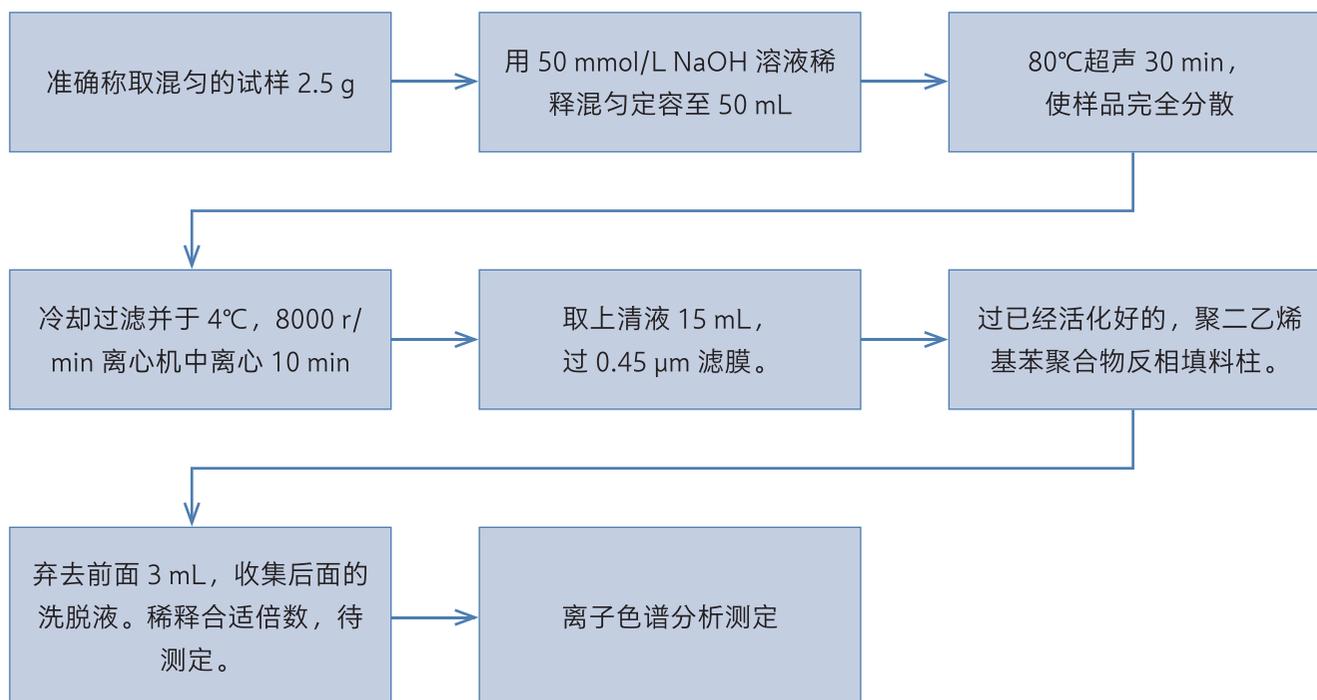


图 1 样品前处理流程图

## ■ 结果与讨论

### 2.1 四种磷酸根离子标准溶液色谱图

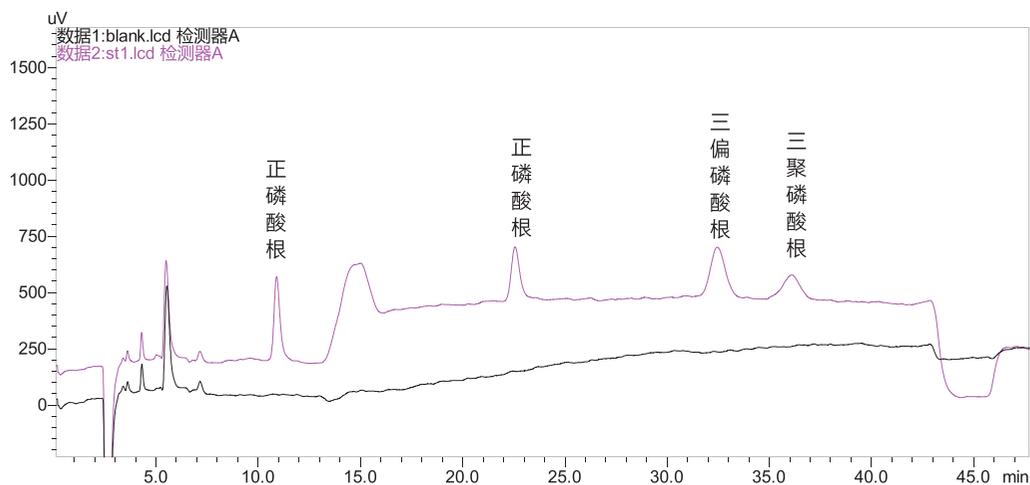


图 2 空白及四种磷酸根离子标准溶液叠加色谱图 (1.00 mg/L)

## 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，分别以四种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，如图 3 所示。四种磷酸根离子在 0.3 mg/L-20.0 mg/L 浓度范围内线性关系良好，相关系数  $r$  大于 0.9990，各校准点准确度在 92.3%-113.2% 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，见表 2。

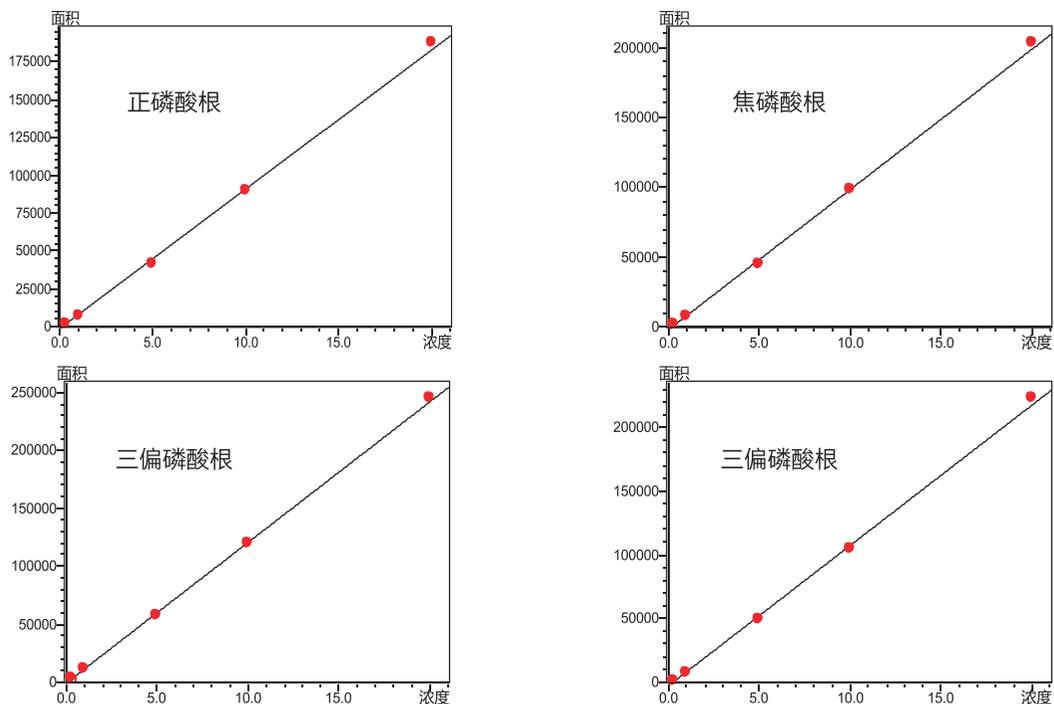


图 3 校准曲线

表 2 四种磷酸根离子的校准曲线及检出限

#	化合物	校准曲线	相关系数 R	准确度	检测限 (µg/mL)	定量限 (µg/mL)
1	正磷酸根	Y = (9197.49)X - 1127.24	0.9992	92.30%-112.60%	0.011	0.034
2	焦磷酸根	Y = (10038.0)X - 1899.67	0.9992	92.00%-113.50%	0.021	0.063
3	三偏磷酸根	Y = (12125.8)X - 840.954	0.9997	92.80%-110.20%	0.020	0.060
4	三聚磷酸根	Y = (11022.1)X - 2971.33	0.9993	92.00%-112.70%	0.057	0.17

### 2.3 精密度

取 1 mg/L 标准品溶液, 连续进样 6 次, 考察仪器的精密度, 四种磷酸根离子的保留时间 RSD 在 0.04%~0.26% 范围内, 峰面积 RSD% 在 1.42%~3.83% 范围内。具体结果见表 1, 仪器精密度良好。

表 3 精密度结果 (n=6)

化合物名称	保留时间 RSD (%)	峰面积 RSD (%)
正磷酸根	0.25	1.42
焦磷酸根	0.11	3.77
三偏磷酸根	0.04	2.41
三聚磷酸根	0.26	3.83

### 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乳饮料进行测定, 该样品中正磷酸根的含量为 40.2 mg/kg, 焦磷酸根、三偏磷酸根、三聚磷酸根均未检出。其色谱图如图 3 所示。

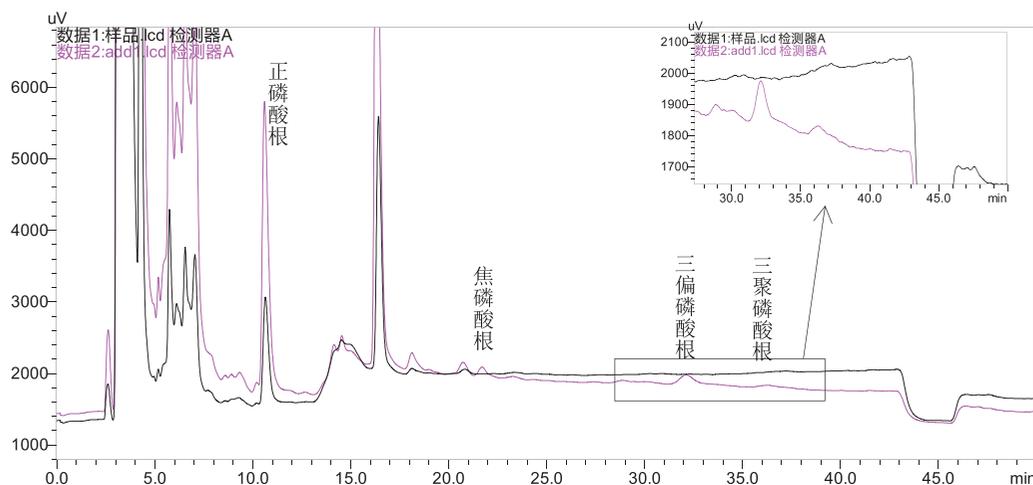


图 3 样品及加标 (10 mg/kg) 的叠加色谱图

采用在乳饮料中加标进行准确度试验。向乳饮料中分别添加样品含量为 10 mg/kg、20 mg/kg、50 mg/kg 的 3 个浓度水平的四种磷酸根标准溶液, 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 4 所示。

表4 准确度结果 (n=3)

化合物名称	浓度水平 (mg/kg)	回收率 (%)	RSD (%)
正磷酸根	10.0	92.76	0.25
	20.0	95.22	1.12
	50.0	93.05	0.93
焦磷酸根	10.0	94.89	1.70
	20.0	95.29	1.60
	50.0	91.40	1.31
三偏磷酸根	10.0	96.62	1.68
	20.0	94.75	1.68
	50.0	92.30	3.44
三聚磷酸根	10.0	109.68	1.11
	20.0	93.36	3.51
	50.0	92.41	3.73

## ■ 结论

本文使用岛津离子色谱仪,参考《GB 5009.256-2025 食品安全国家标准 食品中多种磷酸盐的测定(第一法)》,建立了乳饮料中四种磷酸盐的分析方法,并进行了方法学考察。实验结果表明,该方法前处理简单,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

