

## 使用 EDX 对食品原料中的钠进行定量分析

在食品原料中所含矿物成分及盐分的元素分析中，一般采用原子吸收分光光度法（以下简称 AA）。在使用 AA 分析固体和粉末时，需要加酸进行消解等化学预处理。与之相比，荧光 X 射线分析法只通过简单的预处理就可以完成固体、粉体、液体的直接测定，因而正在研究将其作为 AA 的替代方法使用。

AA 常用于对食品原料粉末中的钠含量的过程控制。我们使用能量色散型 X 射线荧光分析仪 EDX-8100 对该项分析进行了比较研究。使用压片法和粉末直接分析法（以下简称粉末法）这两种前处理方法，其分析结果与 AA 结果之间均得到了良好的相关性。

T. Nakao, H. Nakamura

### 元素

Na

### 样品

固态食品原料的粉末化试样

- (1) 校准曲线试样：2.67%、11.56%、20.21% (AA 分析值) 各 1 个，共计 3 个不同浓度
- (2) 未知试样：同种试样制作①、②、③共 3 个平行样

### 样品前处理

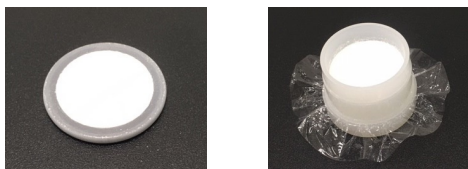
使用如下两种方法进行了试样的前处理（图 1）。

#### (A) 压片法

在内径  $\phi 22\text{mm}$  的聚氯乙烯环中装入试样，在 50kN 压力下保持 30 秒制成片状。

#### (B) 粉末法

在以厚度  $5\mu\text{m}$  的聚丙烯薄膜为底的样杯中加入 6g 试样，稍压紧后进行分析。



(A) 压片法

(B) 粉末法

图 1 试样前处理（图为举例）

### 标准曲线

3 种水平分别测定 3 次，共得到九个测试点。将压片法和粉末法得到的标准曲线都显示于同一坐标中，如图 2 所示。从结果可知，压片法的灵敏度相当于粉末法的 3 倍左右。二者的准确度都处于良好水平。

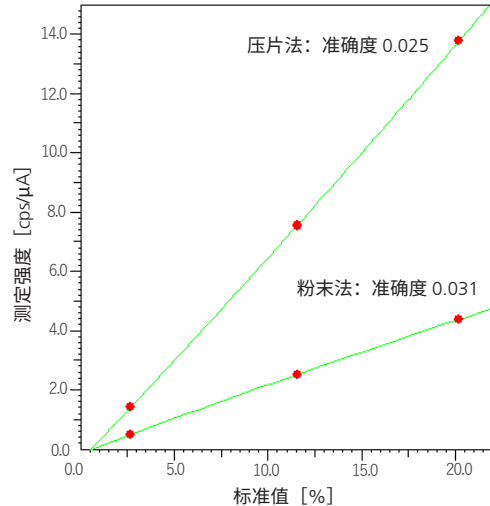


图 2 标准曲线

### 未知试样的定量分析

通过标准曲线对未知试样①~③进行了连续三次重复定量分析。结果及 AA 分析值如表 1 所示。

作为示例，将管理范围设定为 AA 分析值的  $\pm 10\%$  以内。

表 1 未知试样的定量分析结果、与 AA 的比较 单位 [%]

试样/重复	压片法	粉末法	AA
①	1	6.54	6.45
	2	6.56	6.43
	3	6.56	6.45
②	1	6.42	6.40
	2	6.43	6.41
	3	6.40	6.29
③	1	6.42	6.33
	2	6.45	6.39
	3	6.41	6.37
<b>平均值</b>	<b>6.46</b>	<b>6.18</b>	<b>6.39</b>
标准偏差	0.07	0.12	0.05
RSD [%]	1.05	1.99	0.80
管理范围	5.7~7.0		

#### <讨论>

在与 AA 的比较中，压片法、粉末法的平均值与 AA 结果之差均在 4% 以内，一致性很好。

即使考虑了分析误差，所得到的结果也在管理范围内。

## ■ 装置重复性

对未知试样①进行连续 10 次重复测量的结果如表 2 所示。压片法、粉末法均实现了 RSD 0.5% 以下的高精度。

表 2 未知试样①的重复性 单位 [%]

n	压片法	粉末法
1	6.54	6.33
2	6.56	6.34
3	6.56	6.36
4	6.55	6.36
5	6.58	6.34
6	6.55	6.36
7	6.61	6.35
8	6.57	6.38
9	6.58	6.35
10	6.58	6.34
<b>平均值</b>	<b>6.57</b>	<b>6.35</b>
标准偏差	0.02	0.01
RSD [%]	0.32	0.23

## ■ 谱图

1. NaK $\alpha$  分析谱图如图 3、图 4 所示。

1) 三个浓度的标准曲线试样与未知试样①压片的测试谱图

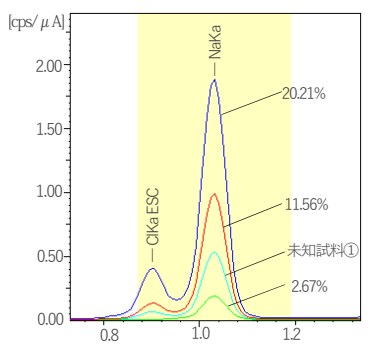
2) 未知试样①的压片和粉末测试谱图

谱图中谱峰清晰，且具有足够的分析灵敏度。

2. 共存元素 Cl 的影响和强度计算

1) 对与低能量侧相邻的 ClK $\alpha$  逃逸峰进行了分离。

2) 对与高能量侧相邻的 ClK $\beta$  逃逸峰通过重叠校正进行了扣除。



标准曲线试样、未知试样① (压片法)  
图 3 分析谱图

## ■ 总结

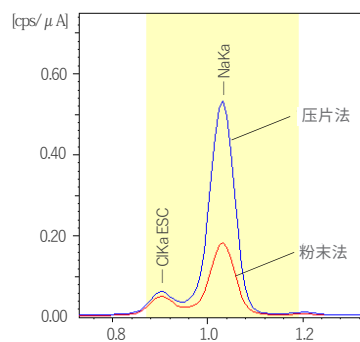
- 在食品原料中钠的定量分析中，EDX 与 AA 的分析结果间具有很好的相关性，因此，可以采用 EDX。
- 在前处理方法方面，根据含量、精度、管理范围、简便性等，可以选择更加适合的方法。汇总如表 3 所示。
- 使用 EDX（替代或与 AA 协同使用）对简化管理和分析步骤，降低生产企业的设备成本是有效的。

表 3 压片法和粉末法的区别

前处理方法	压片法	粉末法
简便性	○ 需要压片设备和压样环	◎ 将样品装至以聚合物膜为底的样杯中
峰强度	◎ X 射线直接照射到试样上，无衰减	○ 分析轻元素时，有因为薄膜导致的衰减
定量下限 (参考)	0.035% ~	0.067% ~

表 4 测定条件

装置	: EDX-8100(8000)、12 位样品台
元素	: Na
分析组	: 定量
检测器	: SDD
X 射线管	: Rh 靶
管电压	: 15 [kV]
管电流	: Auto [μA]
准直器	: 10 [mmφ]
1 次滤波器	: 无
氛围	: 真空
积分时间	: 300 [秒]
死时间	: 最大 30[%]



未知试样① (压片法和粉末法)  
图 4 分析谱图

岛津应用云



岛津企业管理（中国）有限公司  
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话： 800-810-0439  
400-650-0439

免责声明：

\* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；  
\* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。  
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2020 年 2 月