

植酸钠的测定

离子色谱法

(征求意见稿)

前 言

本标准由国家质量监督检验检疫总局提出。

本标准由中国轻工业联合会归口。

本标准起草单位：

本标准主要起草人：

本标准为首次发布。

植酸钠的测定

离子色谱法

1 范围

本方法规定了植酸钠的测定方法。

本方法适用于植酸钠含量的测定，结果以活性成分植酸根计。

本标准植酸根检出限为2.5mg/L，定量限为5mg/L。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的，凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件，凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法要点

采用抑制型高效离子色谱法检测植酸根的含量。样品采用二次去离子水和EDTA二钠溶液处理，离心沉降后取上清液经C18预处理柱和0.45 μ m微孔滤膜过滤后注入离子色谱仪。用0.22mol/L氢氧化钠水溶液、水和50%（体积分数）异丙醇水溶液进行梯度淋洗，经微膜抑制后检测其电导率。

4 试剂与标准物质

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和二次去离子水或相当纯度的水。

4.1 二次去离子水；

4.2 氢氧化钠：色谱纯；

4.3 异丙醇：色谱纯；

4.4 EDTA二钠(0.01M)溶液；

4.5 植酸钠标准品：植酸根含量 \geq 70%；

4.6 植酸钠标准储备液：称取植酸钠（植酸根含量70.1%）（4.5）0.1426g（精确至0.0001g）用水溶解并定容至100mL，其中植酸根的浓度为1mg/mL。

4.7 植酸钠标准工作液：分别准确吸取标准储备液（4.6）0.5、1.0、10.0、20.0mL于100mL的容量瓶中，用超纯水定容至刻度，配得浓度为5 μ g/mL、10 μ g/mL、100 μ g/mL、200 μ g/mL的标准工作溶液。

5 仪器

5.1 离子色谱仪：配有阴离子抑制器和电导检测器。

5.2 分析天平：感量0.1mg。

5.3 离心机。

5.4 超声发生器。

5.5 微孔滤膜：0.45 μ m。

5.6 自动进样器：25 μ L。

5.7 C18预处理柱：300mg

6 分析步骤

6.1 样品处理

C18萃取小柱活化：使用前依次用5mL甲醇、10mL超纯水缓慢通过，并静置活化30min。

准确称取1g(可根据含量适当增减)样品(精确至0.0001g)于100mL容量瓶中,加入EDTA二钠(0.01M)水溶液5 mL,二次去离子水定容,在室温下磁力搅拌15min,超声萃取10min,离心机中以3600r/min的速率离心10min,取上清液经活化处理的C18预处理柱和0.45 μm微孔滤膜(5.4)过滤,供离子色谱进行测定。

6.2 测定

6.2.1 离子色谱参考条件

离子色谱柱参数:阴离子保护柱 IonPac AG 11 (50mm×4mm)或相当者;阴离子分析柱 IonPac AS 11 (250mm×4mm)或相当者;四元梯度泵或相当者;

电导检测器,配4mm的阴离子抑制器,外接水抑制模式;

柱温:30℃;

进样量:25μL;

淋洗液:0.22mol/L氢氧化钠水溶液(A)、二次去离子水(B)及50%(体积分数)异丙醇水溶液(C)组成,梯度洗脱设置见表1。

表1 淋洗液组成及梯度设置

时间 (min)	A (%)	B (%)	C (%)
0.00	15.0	79.0	6.0
0.01	15.0	79.0	6.0
7.00	40.0	54.0	6.0
11.00	40.0	54.0	6.0
12.00	15.0	79.0	6.0
15.00	15.0	79.0	6.0

淋洗液流速:0.90mL/min;

自动再生膜抑制器:电流240mA;

6.2.2 标准工作曲线的制备

将植酸钠标准工作液(4.7)按浓度从低到高依次经离子色谱-电导测定,以定量离子的峰面积为纵坐标,以标准溶液中植酸根的浓度为横坐标,得标准工作曲线。

6.2.3 测定

本方法采用外标标准曲线法定量植酸根的含量。以不同浓度的标准溶液浓度为横坐标,对应的峰面积为纵坐标,作标准曲线线性回归方程,以试样的峰面积与标准曲线比较定量。

7 结果计算

试样中植酸根的含量X(mg/kg)由色谱数据处理软件获得或按式(1)计算:

$$X = \frac{cVN}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X——植酸根的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c——试样溶液中植酸根的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V——试样定溶体积,单位为毫升(mL);

m——试样质量,单位为克(g);

N——稀释倍数。

计算结果保留至整数位。

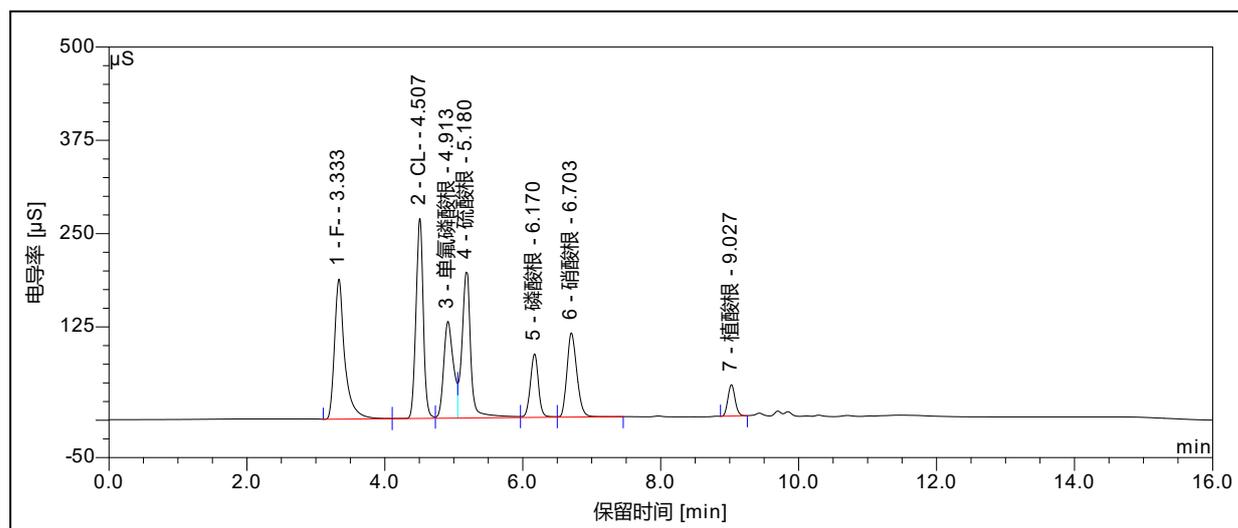
8 回收率

分别向牙膏样品中加入含40mg、80mg、120mg植酸根的标准溶液，按6.1要求进行样品处理后进样检测，植酸根回收率为98.3~102.2%。

9 标准偏差

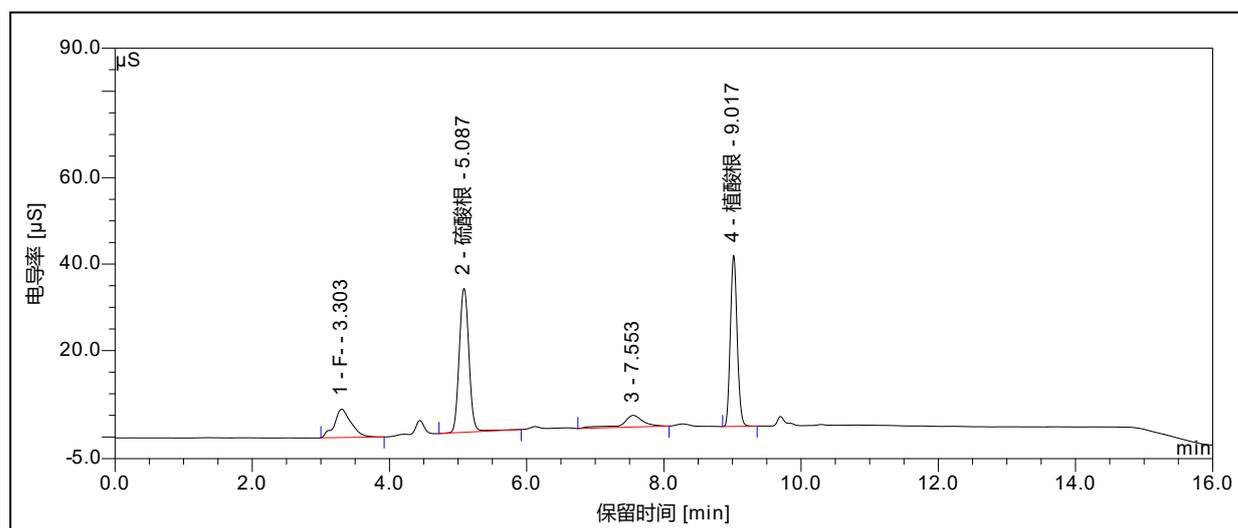
对120mg/kg的植酸根标准溶液进行6次平行测定，检测结果的相对标准偏差（RSD）为1.4%。

图一



七种常见离子混合标准溶液离子色谱分离谱图

图二



样品离子色谱分离谱图