

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1374—2007

植物产品中氟的测定 离子色谱法

Determination of Fluorine in Plant Products
Ion Chromatography Method

2007-06-14 发布

2007-09-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

植物产品中氟的测定 离子色谱法

1 范围

本标准规定了采用离子色谱测定粮食、蔬菜、水果等植物产品中氟的方法。

本标准适用于粮食、蔬菜、水果等植物产品中氟的测定。

本方法的线性范围为 0.005 mg/L~5 mg/L。

本方法检出限为 0.1 mg/kg。

2 原理

用碱固定试样中的氟,经高温灰化,将样品中的氟转化为盐形式,在中性或弱碱性条件下,用离子交换色谱—电导检测器测定,外标法定量。

3 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,所用的水为电导率小于 1 μ S/cm 的去离子水。

3.1 氟化钠(NaF):优级纯。

3.2 氢氧化钾(KOH)或氢氧化钠(NaOH):优级纯,临用前研碎。

3.3 硫酸溶液[$c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 50 \text{ g/L}$]:量取 30 mL 硫酸,缓缓注入 1 000 mL 水中,冷却,摇匀。

3.4 强酸型阳离子交换树脂(H型):732[#]强酸型阳离子交换树脂(总交换容量 $\geq 4.2 \text{ mmol/g}$)用水浸泡,用 5 倍体积水洗涤 3 次、用 1 倍体积甲醇洗涤、再用 5 倍~10 倍体积水分数次洗涤,至清洗水无色澄清后,尽量倾出清洗水,加入 2 倍体积的硫酸溶液(3.3),用玻璃棒搅拌 1 h,使树脂转为 H 型,然后用水分数次洗涤,直至清洗水的 pH 约为 6,将树脂转入广口瓶中并覆盖水备用。

注:可采用商品化的 H 型阳离子交换树脂柱。

3.5 层析柱:0.8 cm(内径) \times 10 cm(高)层析管。

3.6 氟标准贮备液(1 000 mg/L):准确称取 2.210 1 g 经 100 $^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 烘干 4 h 冷却至室温的氟化钠(3.1),溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,加水至刻度,混匀。贮于聚丙烯或高密度聚乙烯瓶中 4 $^{\circ}\text{C}$ 下保存。

3.7 氟标准使用液(10 mg/L):吸取 1.0 mL 氟标准贮备液(3.6),置于 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,混匀。标准使用液应现用现配。

3.8 氟标准工作液:分别吸取氟标准使用液(3.7) 0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL,用水定容至 50 mL。各自相当于氟浓度 0 mg/L、0.05 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L。标准工作液应现用现配。

4 仪器

4.1 离子色谱仪:配电导检测器。

4.2 0.22 μm 水性样品过滤器。

4.3 镍坩埚:50 mL。

4.4 高温电炉。

4.5 天平:精度 $\pm 0.000 1 \text{ g}$, $\pm 0.001 \text{ g}$ 。

5 试样制备

5.1 蔬菜、水果:取可食部分,洗净、晾干、切碎、混匀,称取 100 g~200 g 试样,80 $^{\circ}\text{C}$ 鼓风干燥,粉碎,过

0.15 mm 孔筛,混匀。同时测定水分。

5.2 粮食及其他植物:除去可见杂质后,取有代表性试样 50 g~100 g,80℃鼓风干燥,粉碎,过 0.15 mm 孔筛,混匀。同时测定水分。

6 分析步骤

6.1 试样分解

称取 0.5 g~1 g 试样(精确到 0.001 g)置于坩锅中,加 $1.0\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ 氢氧化钾(或氢氧化钠)固体(3.2),使其分布均匀,低温炭化 30 min 后,移入高温电炉中,500℃灰化 10 min,取出,放冷。于坩锅中加 20 mL 水,溶解试样,将此溶液转移至 100 mL 容量瓶中,用 20 mL 水分数次洗涤坩锅,并入容量瓶中,用水定容至刻度,混匀,备用。将 H 型阳离子交换树脂(3.4)慢慢倒入关闭了出水口的层析柱(3.5)中,用玻璃棒搅动树脂赶出气泡,并使树脂均匀地自然沉降,装入树脂后,打开出水口,控制流速为 2 mL/min,加 20 mL 水冲洗,待柱中的水自然流尽后,立即将准备好的试样溶液沿柱内壁加入,弃去前 3 mL 流出液,收集其后的 2 mL 流出液,经 0.22 μm 过滤器过滤后,待测。

6.2 测定

6.2.1 仪器参考条件

6.2.1.1 色谱柱:季铵型聚苯乙烯树脂,粒径 5 μm,250 mm×4 mm(i.d.)或相当者。

6.2.1.2 流动相:3.2 mmol/L Na_2CO_3 /1.0 mmol/L NaHCO_3 ,用前过 0.45 μm 滤膜,或按各仪器不同选择各自的流动相。

6.2.1.3 流速:0.7 mL/min。

6.2.1.4 再生液:50 mmol/L H_2SO_4 。

6.2.1.5 检测池温度:室温。

6.2.2 试液测定

取等体积的试样溶液和标准工作液(3.8),作单点或多点校准,以色谱峰面积积分值进行定量。标准工作液及试样溶液中的氟离子响应值应在仪器检测的线性范围之内。

6.3 空白试验

除不加试料外,采用完全相同的测定步骤进行平行操作。

7 结果计算

试样中氟的含量以质量分数 w 计,单位以毫克每千克(mg/kg)表示,按公式(1)计算:

$$w = \frac{(C - C_0) \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

C ——试样溶液中氟离子的响应值在标准曲线上对应的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

C_0 ——空白试验中氟离子的响应值在标准曲线上对应的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——试样溶液总体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%,以大于这两个测定值的算术平均值的 10%情况不超过 5%为前提。

附录 A
(资料性附录)
标准物质色谱图

氟标准物质色谱图见图 A.1。

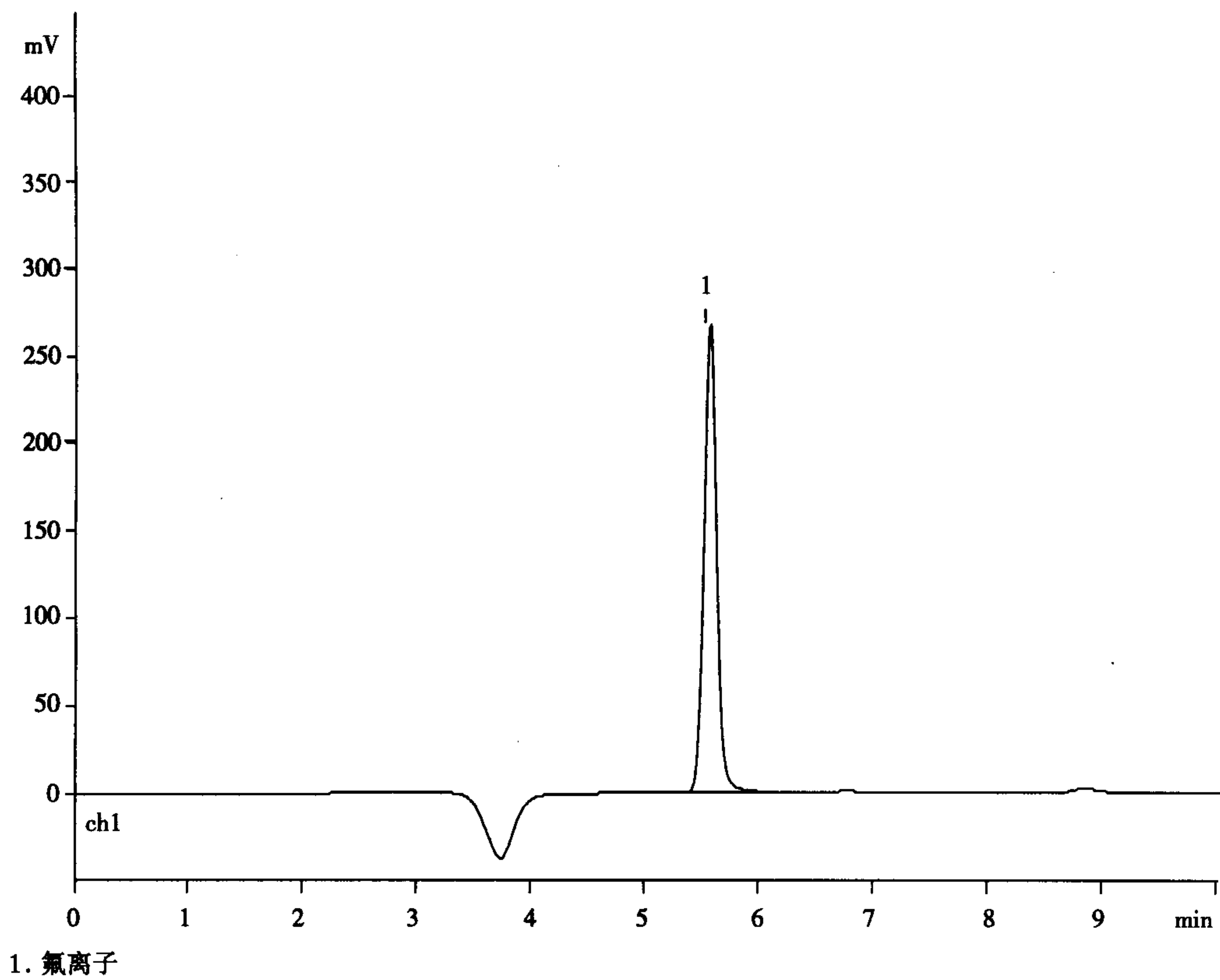


图 A.1 氟离子标准物质色谱图