

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4041—2014

出口食品中氟化物、溴化物 含量的测定 离子色谱法

Determination of fluoride and bromide content in foods for
export—ion chromatography

2014-11-19 发布

2015-05-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布



前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国湖南出入境检验检疫局、中华人民共和国深圳出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：陈练、陈新焕、张志荣、黄志强、林燕奎、杨万彪、吕小园、刘正华。

出口食品中氟化物、溴化物 含量的测定 离子色谱法

1 范围

本标准规定了茶叶、蔬菜、水果等食品中氟化物、溴化物含量的离子色谱测定方法。
本标准适用于茶叶、蔬菜、水果等食品中氟化物、溴化物含量的测定。

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 方法提要

试样中的氟化物、溴化物用氢氧化钾溶液提取,经过滤、离心分离后,取上清液过 0.22 μm 水性微孔滤膜,经 C_{18} 小柱去除部分杂质,离子色谱分离氟离子、溴离子,电导检测器检测。

4 试剂

除另有规定,所用试剂均为优级纯,所用水符合 GB/T 6682 中一级水的要求。

4.1 氢氧化钾。

4.2 乙腈:色谱纯。

4.3 氢氧化钾溶液(100 mmol/L):称取氢氧化钾(4.1)5.611 g 于塑料烧杯中,加适量超纯水溶解后,转移定容至 1 L 塑料容量瓶中。

4.4 氢氧化钾提取液(5.0 mmol/L):准确移取 5.00 mL 氢氧化钾溶液(4.3)于 100 mL 塑料容量瓶中,加超纯水定容,混匀。

4.5 氟离子标准贮备液(1 000 $\mu\text{g/mL}$):购买有证标准溶液或按 GB/T 602 规定制备。

4.6 溴离子标准贮备液(1 000 $\mu\text{g/mL}$):购买有证标准溶液或按 GB/T 602 规定制备。

4.7 C_{18} 小柱(3.0 mL),使用前依次用 10 mL 乙腈(4.2)、10 mL 超纯水活化。

4.8 水性微孔滤膜:0.22 μm 。

5 仪器和设备

5.1 离子色谱仪:配电导检测器。

5.2 分析天平:感量 1 mg。

5.3 捣碎机。

5.4 恒温水浴锅。

5.5 离心机:6 000 r/min,配 15 mL 离心管。

5.6 注射器:5.0 mL 或 10 mL。

5.7 针筒进样器:50 μ L。

6 试样的制备与保存

6.1 茶叶:去除可见杂质,粉碎匀质,冷藏保存备用。

6.2 新鲜蔬菜、水果:将蔬菜或水果用去离子水洗净,晾干后,取可食部分切碎混匀,用食品捣碎机制成匀浆,冷藏保存备用。

7 分析步骤

7.1 试样的前处理

7.1.1 提取

7.1.1.1 茶叶:称取室温试样粉末 1 g(准确至 0.001 g)于 250 mL 烧杯中,加入 80 mL 氢氧化钾提取液(4.4),于 90 $^{\circ}$ C 水浴中提取 1 h,冷却至室温后用氢氧化钾提取液(4.4)转移定容至 100 mL 容量瓶中,混匀。溶液经滤纸过滤,滤液备用。

7.1.1.2 蔬菜、水果:称取室温匀浆试样 5 g(准确至 0.001 g)于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL 氢氧化钾提取液(4.4),于 90 $^{\circ}$ C 水浴中提取 1 h,冷却至室温后用氢氧化钾提取液(4.4)转移定容至 50 mL 容量瓶中,混匀。溶液经快速滤纸过滤,滤液备用。如不澄清则可取部分滤液于 6 000 r/min 离心 15 min,上清液备用。

7.1.2 净化

取滤液或上清液约 15 mL 依次通过 0.22 μ m 水性滤膜、 C_{18} 柱,弃去前面 3 mL,收集后面的洗脱液待测。

7.1.3 空白试验

除不加样品外按 7.1.1、7.1.2 试样的提取和净化步骤进行处理。

7.2 测定

7.2.1 参考色谱条件

参考色谱条件如下:

- a) 色谱柱:选用 Dionex IonPac[®] AS15 型阴离子分离柱(4 mm \times 250 mm)和 Dionex IonPac[®] AG15 型保护柱(4 mm \times 50 mm),或相当者;
- b) 检测器:电导检测器;
- c) 淋洗液:氢氧化钾溶液(4.3);
- d) 柱温箱温度:30 $^{\circ}$ C;
- e) 电导池温度:35 $^{\circ}$ C;
- f) 抑制器电流:180 mA;
- g) 淋洗梯度:见表 1;
- h) 淋洗液流速:1.0 mL/min;
- i) 进样体积:50 μ L。

表 1 淋洗梯度

时间 min	流速 mL/min	KOH 淋洗液浓度 mmol/L
0.00	1.00	5.0
28.00	1.00	5.0
28.01	1.00	95.0
43.01	1.00	95.0
43.02	1.00	5.0
55.02	1.00	5.0

7.2.2 离子色谱分析

7.2.2.1 标准曲线的绘制

移取氟离子标准贮备液(4.5)、溴离子标准贮备液(4.6)稀释后,得到氟离子、溴离子混合标准工作溶液。混合标准工作溶液中氟离子的浓度分别为 0.0 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、2.5 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$;混合标准工作溶液中溴离子的浓度分别为 0.0 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 、25.0 $\mu\text{g/mL}$ 、50.0 $\mu\text{g/mL}$ 、100 $\mu\text{g/mL}$ 。

按 7.2.1 所列测定条件,用自动进样器或针筒进样器(5.7)吸取标准工作溶液从低到高浓度依次进样测量,以氟离子、溴离子的浓度为横坐标,以氟离子、溴离子的峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。

氟离子、溴离子标准溶液的离子色谱图参见附录 A。

7.2.2.2 试液测定

用自动进样器或针筒进样器(5.7)依次吸取空白溶液和试样溶液注入离子色谱仪中,获得氟离子、溴离子的峰面积。根据线性方程计算空白溶液和试样溶液中氟离子、溴离子的含量。

试样溶液中待测物的响应值应在标准线性范围之内。

注:当试样中氟离子、溴离子的响应值超出方法的线性范围上限时,可减少称样量再进行提取与测定,或将试液进行稀释后进行测定。

8 结果计算

试样中氟化物、溴化物含量按式(1)计算:

$$X = \frac{(c - c_0) \times V \times f \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——试样中氟化物(以氟离子计)或溴化物(以溴离子计)的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c ——试液中氟离子或溴离子的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

c_0 ——空白溶液中氟离子或溴离子的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试液体积,单位为毫升(mL);

f ——试液稀释倍数;

m ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留 2 位有效数字,当试样中氟化物或溴化物含量高于 10 mg/kg 时,计算结果保留 3 位

有效数字。

9 测定低限、回收率和精密度

9.1 测定低限

本方法水果、蔬菜中氟离子和溴离子的测定低限分别为 0.1 mg/kg 和 5.0 mg/kg; 茶叶中氟离子和溴离子的测定低限分别为 1.0 mg/kg 和 50.0 mg/kg。

9.2 回收率和精密度

茶叶、水果和蔬菜中氟化物、溴化物在对应添加水平下, 实验室内回收率和精密度见表 2。

表 2 回收率和精密度

样品类型	检测项目	添加水平 mg/kg	回收率 %	相对标准偏差 %
茶叶	氟化物	500~600	85.1~95.5	≤5
	溴化物	50~500	100.6~102.8	≤5
蔬菜	氟化物	0.1~2.0	84.7~106.0	≤10
	溴化物	5.0~50.0	84.8~100.3	≤5
水果	氟化物	0.1~2.0	90.9~103.3	≤10
	溴化物	5.0~50.0	87.5~101.0	≤5

附录 A

(资料性附录)

氟离子、溴离子标准溶液离子色谱图

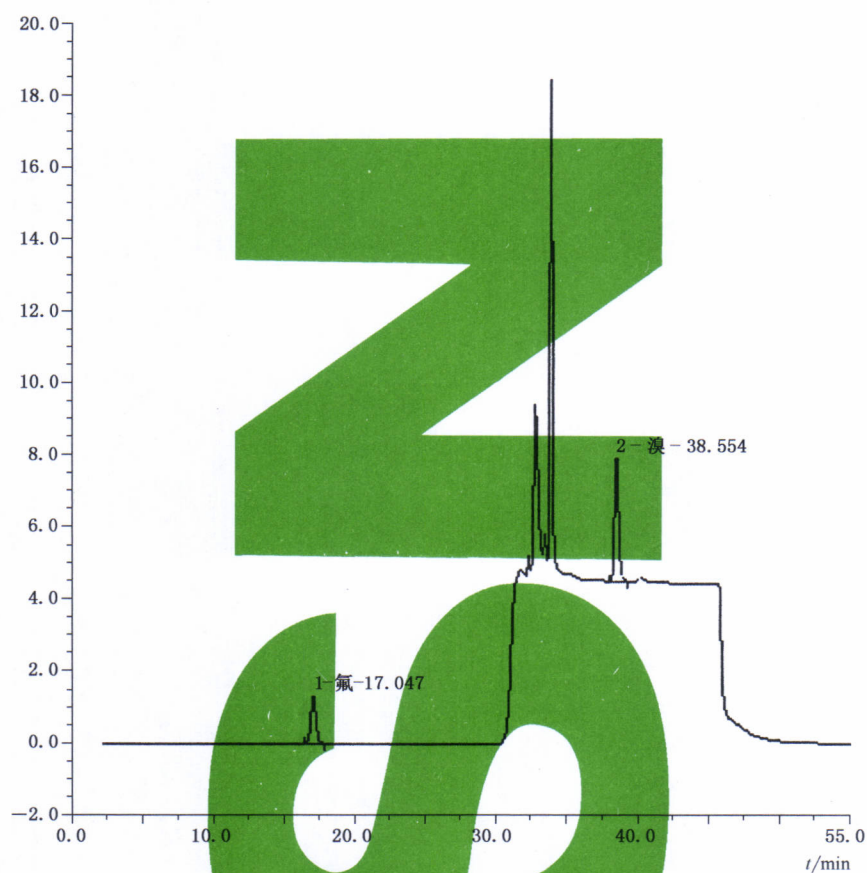


图 A.1 氟离子、溴离子标准溶液离子色谱图