

DB37

山 东 省 地 方 标 准

DB37/T 3992—2020

食品中亚氯酸盐和氯酸盐残留量的测定 离子色谱法

Determination of chlorite and chlorate residues in foods—Ion chromatography

2020 - 06 - 08 发布

2020 - 07 - 08 实施

山东省市场监督管理局 发 布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009的规则起草。

本标准由青岛海关提出、归口并组织实施。

本标准起草单位：青岛海关技术中心、青岛市标准化研究院。

本标准主要起草人：张雪琰、罗忻、盛田田、崔淑华、王宇、赵峰、崔鹤、田壮、朱琳。

食品中亚氯酸盐和氯酸盐残留量的测定 离子色谱法

1 范围

本标准规定了食品中亚氯酸盐和氯酸盐残留量的离子色谱检测方法。

本标准适用于青椒、苹果、鸡肉、龙利鱼肉中亚氯酸盐和氯酸盐残留量的测定，其他食品可参照执行。

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 方法提要

本方法以磷酸盐缓冲液提取样品中亚氯酸盐和氯酸盐，用配有电导检测器的离子色谱仪测定，外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有规定外，所有试剂均为分析纯，水为符合GB/T 6682中规定的一级水。

4.1 氢氧化钠。

4.2 磷酸二氢钾。

4.3 正己烷。

4.4 氢氧化钠溶液（0.1 mol/L）：称取 4.0 g 氢氧化钠，用水溶解，定容至 1 L。

4.5 磷酸二氢钾溶液（0.1 mol/L）：称取 13.61 g 磷酸二氢钾，用水溶解，定容至 1 L。

4.6 磷酸盐缓冲液（pH=6.5）：分别量取 500 mL 0.1 mol/L 磷酸二氢钾溶液和 81 mL 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液，用水稀释至 1 L。

4.7 亚氯酸钠（CAS 编号：7758-19-2）标准溶液：1 000 mg/L。

4.8 氯酸钠（CAS 编号：7775-09-9）标准溶液：1 000 mg/L。

4.9 混合标准中间液（100 mg/L）：准确量取亚氯酸钠标准溶液（4.7）和氯酸钠标准溶液（4.8）各 1 mL，用水定容至 10 mL。

5 仪器和设备

5.1 离子色谱仪：配电导检测器。

5.2 高速冷冻离心机。

5.3 均质器。

- 5.4 水平振荡器。
- 5.5 滤膜：0.22 μm 。
- 5.6 分析天平：感量 0.01 g。
- 5.7 具塞离心管：50 mL。
- 5.8 容量瓶：10 mL、25 mL。

6 分析步骤

6.1 试样制备

取代表性样品约500 g，粉碎并混合均匀，装入洁净容器内作为试样，密封并加贴标签。

6.2 提取

6.2.1 蔬菜、水果样品

准确称取5.0 g（精确至0.01 g）试样，置于50 mL离心管，加入20 mL磷酸盐缓冲液（4.6），水平振荡器震荡10 min，在10 000 r/min的转速下离心5 min。将上清液转移至25 mL容量瓶中，用磷酸盐缓冲液（4.6）定容至刻度并混合均匀，过0.22 μm 的滤膜后待测。

6.2.2 畜禽肉、水产品样品

准确称取5.0 g（精确至0.01 g）试样，置于50 mL离心管，加入5 mL正己烷（4.3）、20 mL磷酸盐缓冲液（4.6），水平振荡器震荡10 min，在10 000 r/min的转速下离心5 min。去上清，将下清液转入25 mL容量瓶中，用磷酸盐缓冲液（4.6）定容至刻度并混合均匀，过0.22 μm 的滤膜后待测。

6.3 测定

6.3.1 离子色谱参考条件：

- a) 色谱柱：Dionex IonPac AS19 分析柱，4 mm×250 mm (i.d.) + Dionex IonPac AG19 保护柱，4 mm×50 mm (i.d.)，或相当者；
- b) 淋洗液：氢氧化钾溶液，浓度为 20 mmol/L~70 mmol/L；洗脱梯度为 20 mmol/L，16 min，70 mmol/L 7 min，20 mmol/L 2 min；
- c) 抑制器：电化学阴离子抑制器；
- d) 抑制电流：50 mA 16 min，175 mA 7 min，50 mA 2 min；
- e) 检测室温度：35 $^{\circ}\text{C}$ ；
- f) 进样量：25 μL ；
- g) 流速：1.0 mL/min；
- h) 检测器：电导检测器。

6.3.2 定性定量测定

分别取混合标准中间液（4.9）0 μL 、10 μL 、25 μL 、50 μL 、250 μL 、500 μL 、1 000 μL ，用磷酸盐缓冲液（4.6）定容至5 mL，配制成浓度为0 $\mu\text{g/mL}$ 、0.2 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 、10 $\mu\text{g/mL}$ 、20 $\mu\text{g/mL}$ 标准系列，依次注入离子色谱仪中进行测定，以色谱峰面积为纵坐标，对应的溶液浓度为横坐标作图，绘制标准工作曲线，亚硝酸盐和硝酸盐标准溶液离子色谱图参见附录A中图A-1。

按照确定的离子色谱条件测定样液，根据色谱峰的保留时间定性，采用色谱峰面积外标法定量，样品溶液中待测物的响应值均应在仪器测定的线性范围内，超出线性范围的可用磷酸盐缓冲液（4.6）稀释后进行测定。

6.4 空白试验

除不加试样外，采用上述相同的检测步骤，与测试样品平行进行检测。

6.5 质控试验

向不含亚氯酸盐和氯酸盐的近似基质样品中添加适量浓度亚氯酸盐和氯酸盐，与测试样品采用相同的试验步骤平行进行检测。

7 结果计算和表述

试样中亚氯酸盐和氯酸盐的含量由数据处理软件按式（1）计算获得，计算结果应扣除空白值，并保留至小数点后两位：

$$X_i = \frac{c \times V \times 1000}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X_i ——试样中亚氯酸盐含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c ——从标准工作曲线得到的试样溶液中亚氯酸盐的浓度，单位为微克每毫升（ μ g/mL）；

V ——样品溶液定容体积，单位为毫升（mL）；

m ——样品质量，单位为克（g）。

8 测定低限和回收率

8.1 测定低限

本方法蔬菜、水果中亚氯酸盐、氯酸盐的测定低限为1.0 mg/kg，畜禽肉、水产品中的测定低限为2.0 mg/kg。

8.2 回收率

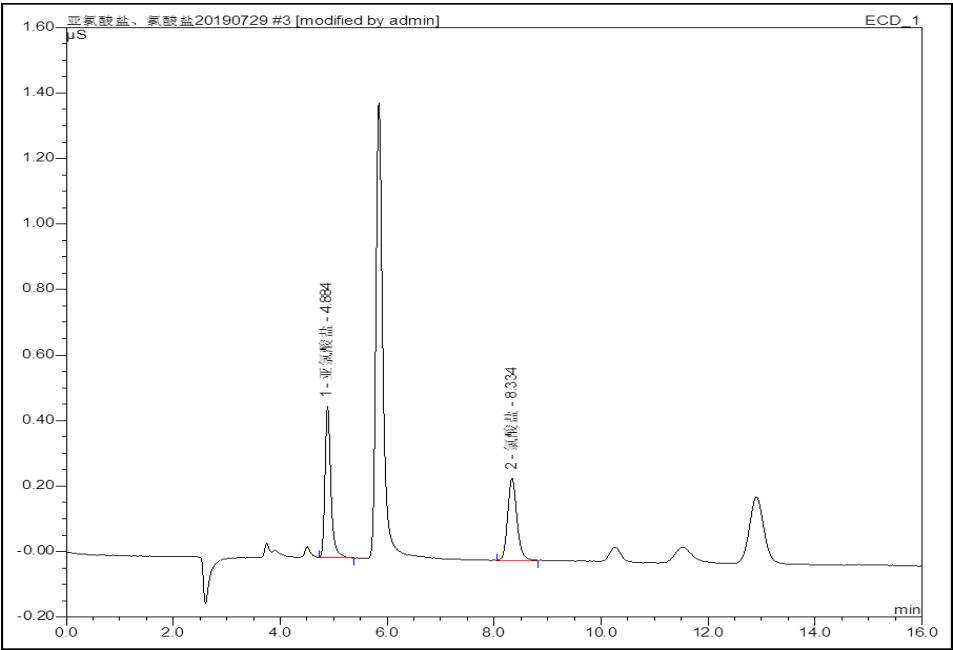
在三个添加浓度水平下，不同基质中亚氯酸盐、氯酸盐添加回收率为90.2 %~108.7 %，添加水平及回收率数据参见附录B。

9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过其算术平均值的10 %。

附 录 A
(资料性附录)
亚氯酸盐和氯酸盐的离子色谱图

亚氯酸盐和氯酸盐的离子色谱图见图A. 1。



图A. 1 0.5 µg/mL 亚氯酸盐、氯酸盐标准溶液离子色谱图

附 录 B
(资料性附录)
亚氯酸盐和氯酸盐添加回收率数据

离子色谱法测定亚氯酸盐、氯酸盐残留的添加回收率数据见表B. 1。

表B. 1 离子色谱法测定亚氯酸盐、氯酸盐残留的添加回收率数据

基质	化合物	添加浓度	回收率范围 (%)
		(mg/kg)	
青椒	亚氯酸盐	1	91.5~106.0
		10	90.2~103.1
		20	92.9~101.5
	氯酸盐	1	90.5~106.0
		10	90.8~107.9
		20	91.9~108.7
苹果	亚氯酸盐	1	91.8~101.5
		10	90.6~107.8
		20	91.1~103.0
	氯酸盐	1	91.5~105.0
		10	90.3~104.3
		20	95.0~108.1
鸡肉	亚氯酸盐	2	90.6~102.3
		50	90.5~101.4
		100	90.2~108.1
	氯酸盐	2	91.8~105.2
		50	92.6~103.3
		100	90.3~103.3
龙利鱼肉	亚氯酸盐	2	92.4~100.4
		50	92.5~103.9
		100	92.9~107.9
	氯酸盐	2	91.0~104.4
		50	91.6~104.7
		100	95.2~106.3