

DB34

安 徽 省 地 方 标 准

DB34/T 1108—2009

米线中甲醛次硫酸氢钠(吊白块)的测定 离子色谱法

Determination of the sodium bisulfoxylate formaldehyde in rise noodles-Ion
chromatography method

2009-12-11 发布

2009-12-11 实施

安徽省质量技术监督局 发布

前 言

甲醛次硫酸氢钠，俗称“吊白块”，是纺织和橡胶工业原料，近年来，一些食品生产加工厂家非法把甲醛次硫酸氢钠添加到米线、腐竹、食糖等食物中进行增白，对人体健康造成严重危害。本标准在参照国质检执〔2002〕183号文及相关参考文献的基础上，制定了米线中甲醛次硫酸氢钠（吊白块）的测定方法—离子色谱法。

本标准的附录A为资料性附录。

本标准由国家农副加工食品质量监督检验中心、国家农业标准化与监测中心（安徽）提出。

本标准起草单位：国家农副加工食品质量监督检验中心、国家农业标准化与监测中心（安徽）。

本标准主要起草人：邵栋梁、赵维克、舒勇、张波、姚彦如、董思恩。

本标准首次发布。

米线中甲醛次硫酸氢钠(吊白块)的测定

离子色谱法

1 范围

本标准规定了离子色谱法测定米线中甲醛次硫酸氢钠(吊白块)含量的方法。

本标准适用于米线(米粉)中甲醛次硫酸氢钠(吊白块)含量的测定。

本方法检测限为：0.05mg/L。

2 方法原理

以稀碱提取米线中的吊白块，过C18小柱除杂后，以 KOH水溶液为流动相，进行离子色谱法测定，依据保留时间定性，外标法定量。

3 试剂和溶液

3.1 实验用水为高纯水，电导率小于 5 us/cm，并经 0.45 um 的微孔滤膜过滤。所用试剂为优级纯或分析纯。

3.2 氢氧化钠：分析纯。

3.3 甲醇：分析纯。

3.4 0.01 mol/L 氢氧化钠溶液：称取 0.40 g 氢氧化钠固体，加水溶解，并定容至 1000 mL。

3.5 标准品：甲醛次硫酸氢钠，分析纯。

3.6 C18 型前处理柱：每根柱填料量为 250 mg。

3.7 甲醛次硫酸氢钠标准储备液：精确称取 0.1000 g 甲醛次硫酸氢钠固体于 100 mL 容量瓶中，用 0.01 mol/L 氢氧化钠溶液溶解，并定容至刻度，摇匀，此溶液浓度为 1 g/L。

3.8 甲醛次硫酸氢钠标准工作液：用 0.01 mol/L 氢氧化钠溶液将甲醛次硫酸氢钠标准储备液稀释至 0.01 mg/mL 的标准工作液。

4 仪器设备

4.1 离子色谱仪（具有分离柱，抑制器，电导检测器）。

4.2 氢氧化钾淋洗液。

4.3 离心机：最大转速 4000 r/min 或以上。

4.4 组织粉碎机。

4.5 超声波提取仪。

4.6 具塞三角瓶：150 mL。

4.7 离心管：10 mL。

4.8 分析天平：感量 0.0001 g，0.01 g。

4.9 移液器：量程 20 uL~200 uL，100 uL~1000 uL。

5 分析步骤

5.1 试样制备及提取

取有代表性的样品，准确称取 5.00 g 左右样品于 150 mL 具塞三角瓶中，加 0.01 mol/L NaOH 50 mL，用超声波提取 10 min，静置，转移 10 mL 上层液于离心管中，4000 r/min 离心 20 min，上清液备用。

5.2 试样净化

将C18小柱依次用 5 mL甲醇和 10 mL超纯水清洗后，将样品提取溶液过柱，弃去前 3 mL流出液，收集 5 mL流出液，经 0.45 μm的微孔滤膜过滤后装入AS40自动进样器样品管中，供离子色谱分析。

5.3 仪器测定

5.3.1 色谱参考条件

色谱柱：AS—19 阴离子柱分析柱，AG—19 型保护柱。

柱温：30 ℃。

淋洗液：10 mmol/L KOH。

流速：1.0 mL /min。

其他条件：ASRS—UL—TRAIL 4 mm抑制器；

抑制电流 99 mA；电导检测器。

进样体积：25 μL。

注：方法中所列仪器及配置仅供参考，同等性能仪器及配置均可使用。

5.3.2 测定

分别准确移取甲醛次硫酸氢钠的标准溶液（0.01 mg/mL）0.0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL于 10 mL比色管中，用提取液定容至刻度，摇匀。配成相当于浓度为 0.0 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、5.00 mg/L、10.00 mg/L的甲醛次硫酸氢钠标准系列溶液，经0.45 μm的微孔滤膜过滤后装入 AS40自动进样器样品管中，按 6.3.1 色谱条件进行检测，以峰面积(A)对浓度(C, mg/L)进行线性回归，得到标准曲线。取净化后的样品提取液进行上机检测，依据保留时间定性，外标法定量。

6 分析结果的表示

定量分析的结果按式（1）计算：

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

式中：

X——甲醛次硫酸氢钠含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

c——样液中甲醛次硫酸氢钠浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

v——样液体积，单位为毫升（mL）；

m——样品质量，单位为克（g）。

取平行双样测定结果的算术平均值，计算结果保留3位有效数字。

7 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与算术平均值之比应不大于 10 %。

附 录 A
(资料性附录)
离子色谱法测定米线中吊白块含量相关色谱图

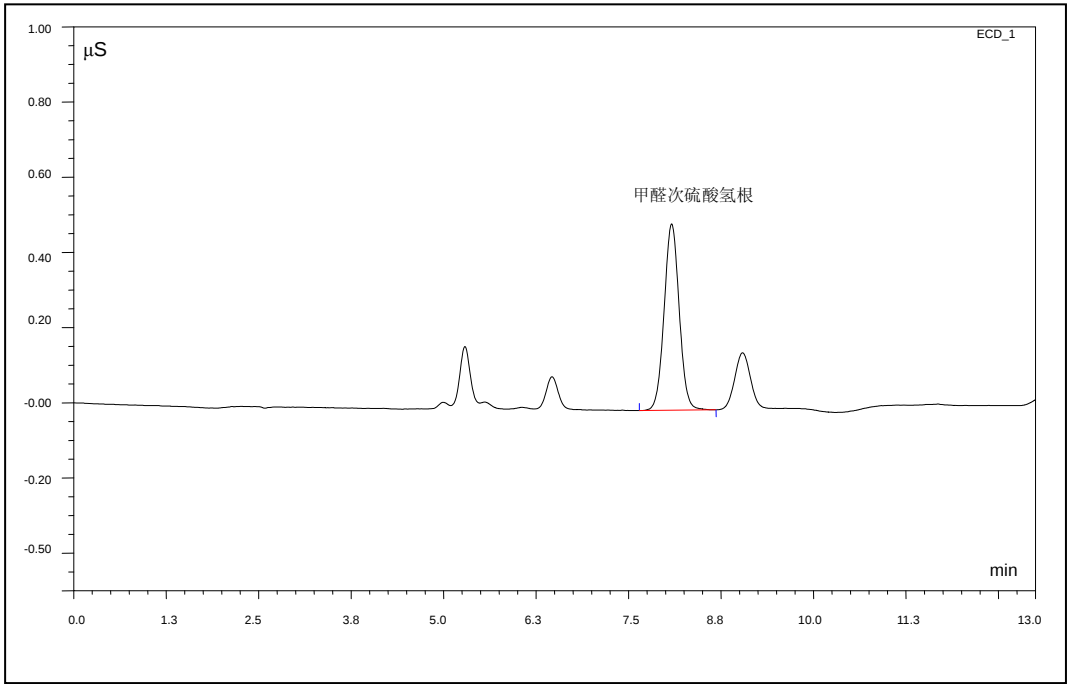


图 A.1 2mg/L 的甲醛次硫酸氢钠标准溶液在 AS — 19 阴离子柱分析柱上的色谱图

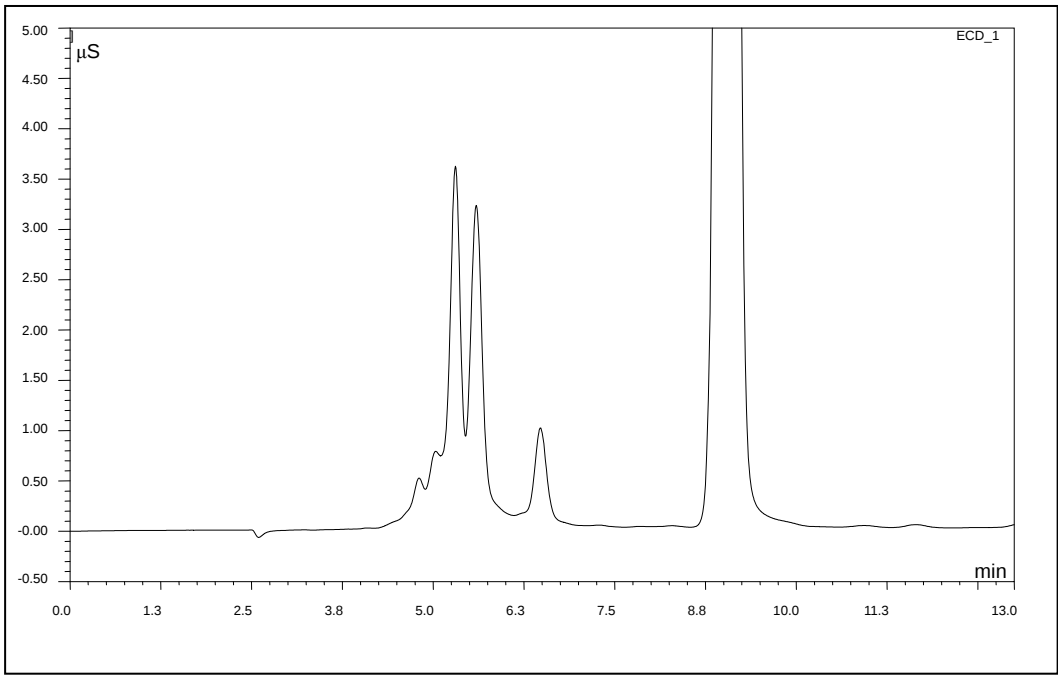


图 A.2 空白米线在 AS — 19 阴离子柱分析柱上的色谱图

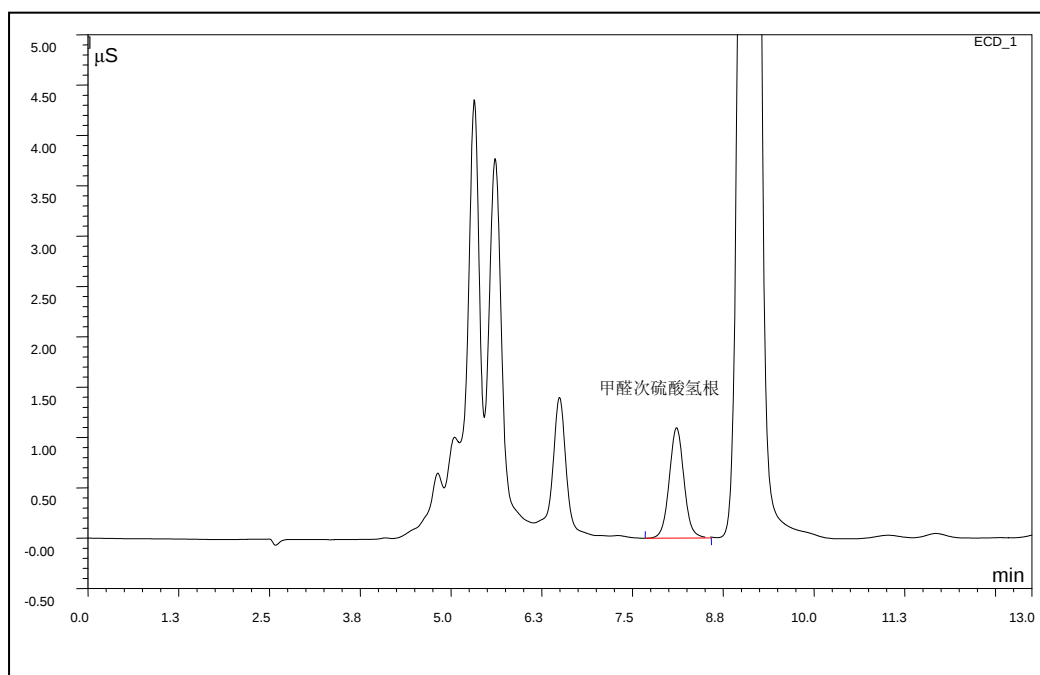


图 A.3 含 40mg/L 甲醛次硫酸氢钠米线提取液在 AS — 19 阴离子柱分析柱上的色谱图