

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4590—2016

出口水产品中焦磷酸盐、三聚磷酸盐、 三偏磷酸盐含量的测定 离子色谱法

Determination of sodium pyrophosphate, sodium tripolyphosphate and sodium trimetaphosphate in aquatic products for export—Ion chromatography

2016-08-23 发布

2017-03-01 实施



中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
出口水产品中焦磷酸盐、三聚磷酸盐、
三偏磷酸盐含量的测定 离子色谱法

SN/T 4590—2016

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
总编室:(010)68533533

网址 www.spc.net.cn

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字
2017 年 10 月第一版 2017 年 10 月第一次印刷
印数 1—500

*

书号: 155066 • 2-32229 定价 14.00 元

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：中华人民共和国山东出入境检验检疫局、中华人民共和国浙江出入境检验检疫局、青岛市产品质量监督检验所、青岛盛瀚色谱技术有限公司、青岛普仁仪器有限公司。

本标准主要起草人：崔鹤、陈笑梅、刘靖靖、张晓文、王骏、王曼霞、张惠珍、吕鹏、毛旭斌、马甲民、苏广坤。

出口水产品中焦磷酸盐、三聚磷酸盐、 三偏磷酸盐含量的测定 离子色谱法

1 范围

本标准规定了水产品中焦磷酸盐、三聚磷酸盐、三偏磷酸盐的离子色谱测定方法。

本标准适用于鱼、虾、扇贝、鱼糜制品中焦磷酸盐、三聚磷酸盐、三偏磷酸盐的测定。

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 原理

用沸水将试样中酶灭活后超声提取,离子色谱电导检测器检测,保留时间定性,外标法定量。

4 试剂和材料

所用水应符合 GB/T 6682 中一级水规定。

4.1 氢氧化钠:优级纯。

4.2 焦磷酸钠($\text{Na}_4\text{O}_7\text{P}_2 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$):纯度不低于 99%。

4.3 三聚磷酸钠($\text{Na}_5\text{O}_{10}\text{P}_3$):纯度不低于 85%。

4.4 三偏磷酸钠 $[(\text{NaPO}_3)_3]$:纯度不低于 95%。

4.5 1 mol/L 氢氧化钠溶液:称取 4.0 g 氢氧化钠(4.1)溶于适量水,用水稀释至 100 mL。

4.6 100 mmol/L 氢氧化钠溶液:称取 100.0 g 氢氧化钠(4.1),加水至 100 mL,混匀,静置,制得室温下氢氧化钠饱和溶液(20 mol/L);移取 0.5 mL 饱和氢氧化钠溶液,用水稀释至 1 000 mL。也可使用 OH^- 型自动淋洗液发生器制备。

4.7 焦磷酸钠标准储备溶液 $[c(\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7)=1 \text{ mg/mL}]$:准确称取 0.169 4 g 焦磷酸钠(4.2),溶于适量水,用水定容至 100 mL。于 4 °C 下避光保存,有效期 6 个月。

4.8 三聚磷酸钠标准储备液 $[c(\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10})=1 \text{ mg/mL}]$:准确称取 0.117 6 g 经 115 °C 下烘干至恒重的三聚磷酸钠(4.3),溶于适量水,用水定容至 100 mL。于 4 °C 下避光保存,有效期 6 个月。

4.9 三偏磷酸钠标准储备液 $\{c[(\text{NaPO}_3)_3]=1 \text{ mg/L}\}$:准确称取 0.105 3 g 经 115 °C 下烘干至恒重的三偏磷酸钠(4.4),溶于适量水,用水定容至 100 mL。于 4 °C 下避光保存,有效期 6 个月。

4.10 混合标准中间液:分别准确移取上述标准溶液(4.7、4.8 和 4.9)各 12.00 mL、16.00 mL、20.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加入水稀释定容至 100 mL。1 mL 此溶液含焦磷酸钠 120 μg ,三聚磷酸钠 160 μg ,三偏磷酸钠 200 μg 。于 4 °C 下避光保存,有效期 6 个月。

4.11 混合标准工作液:根据需要吸取一定量的混和标准中间液(4.10)用水稀释成适当浓度的标准工作液,使用前配制。

4.12 尼龙滤膜:0.22 μm 。

SN/T 4590—2016

5 仪器

- 5.1 离子色谱仪:配电导检测器。
- 5.2 分析天平:感量为 0.000 1 g 和 0.01 g。
- 5.3 超声波提取器:工作频率 40 kHz。
- 5.4 切片机。
- 5.5 食物粉碎机。
- 5.6 离心管:50 mL。

6 样品制备

取代表性样品 500 g,在冷冻状态下切片后均质,装入清洁的容器中,密封,标明标记,—18 ℃ 保存。在制样操作过程中应防止样品受到污染或发生目标化合物的变化。

7 测定步骤

7.1 提取

称取 5 g 试样(精确至 0.01 g),置于 50 mL 离心管中,加入 30 mL 沸水,超声提取 8 min。冷却至室温,用 1 mol/L 氢氧化钠溶液(4.5)调 pH 值至 9.0~10.0,用水定容至 50 mL,摇匀,上清液过 0.22 μm 滤膜,供离子色谱测定。

7.2 测定

7.2.1 离子色谱条件

- 离子色谱条件如下:
- a) 色谱柱:IonPac AS11-HC 型或 AS11 型阴离子色谱分析柱(4.6 mm×250 mm)和 IonPac AG11-HC 型保护柱(4 mm×50 mm),或相当者;
 - b) 流动相:梯度淋洗条件见表 1;
 - c) 检测器:电导检测器;
 - d) 抑制器:电化学阴离子抑制器,抑制电流 180 mA,或相当者;
 - e) 检测室温度:35 ℃;
 - f) 进样量:25 μL。

表 1 梯度淋洗条件

时间 min	流速 mL/min	水 %	100 mmol/L NaOH %
0.0	1.0	65	35
9.0	1.0	30	70
15.0	1.0	30	70
15.1	1.0	65	35
20.0	1.0	65	35

7.2.2 离子色谱测定

按照确定的离子色谱条件测定样品和标准工作液(4.11),根据色谱峰的保留时间定性,色谱峰面积按外标法定量,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,超出线范围的可用水稀释后进行测定。在上述条件下焦磷酸钠、三聚磷酸钠和三偏磷酸钠的参考保留时间分别为 8.5 min、10.1 min、10.8 min,标准溶液色谱图参见附录 A。

7.2.3 空白试验

除不加试样外,均按上述步骤进行。

8 结果计算

8.1 试样中焦磷酸钠、三聚磷酸钠和三偏磷酸钠的含量分别按式(1)进行计算。

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

式中:

- X_n ——试样中焦磷酸钠、三聚磷酸钠、三偏磷酸钠含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c ——待测试液中焦磷酸钠、三聚磷酸钠、三偏磷酸钠浓度,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c_0 ——空白溶液中焦磷酸钠、三聚磷酸钠、三偏磷酸钠浓度,单位为毫克每千克(mg/kg);
- V ——试样溶液体积,单位为毫升(mL);
- f ——试样溶液稀释倍数;
- m ——试样的质量,单位为克(g)。

8.2 样品中多聚磷酸盐总含量以五氧化二磷(P_2O_5)的质量分数计,按式(2)进行计算。

$$X = 0.5334X_1 + 0.5786X_2 + 0.6961X_3 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- X ——试样中以五氧化二磷(P_2O_5)计的多聚磷酸盐总含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- X_1 ——样品中焦磷酸钠含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- X_2 ——样品中三聚磷酸钠含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- X_3 ——样品中三偏磷酸钠含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- 0.5334 ——焦磷酸钠与 P_2O_5 的换算系数;
- 0.5786 ——三聚磷酸钠与 P_2O_5 的换算系数;
- 0.6961 ——三偏磷酸钠与 P_2O_5 的换算系数。

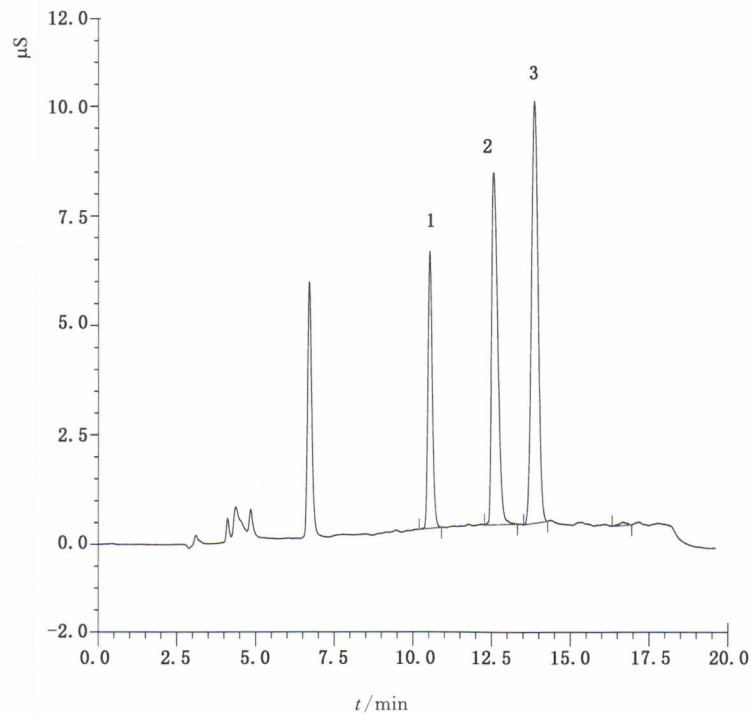
9 测定低限

本方法测定低限为 100 mg/kg。

10 回收率

在添加浓度 100 mg/kg~5 000 mg/kg 的浓度范围内,回收率在 70%~110%之间,相对标准偏差小于 10%。

附录 A
(资料性附录)
标准溶液色谱图



说明：
1——焦磷酸钠；
2——三聚磷酸钠；
3——三偏磷酸钠。

图 A.1 标准溶液色谱图



SN/T 4590-2016

书号:155066 • 2-32229
定价: 14.00 元