

# 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 技 术 督 发 布

## 前 言

把 次磷酸甲脒 称白 业原 块 尿酸, 胶 织 纤维 工 食 生 料 力  
次磷酸甲脒 糯米 到腐 食糖 竹食 体等 康 进 物 增 。 标 造 重 量  
(2002) 183 照 检 执 质 基 号, 相 文 的 及 献 础 国 参 考 制 线 米 中 次 磷酸甲脒 了 白  
一 。 定 方 法 子 离 谱 法  
标 A 的 准 为 录 录 附 附  
标 本 由 准 本 由 准 副 家 查、 暨 业 检 监 与 质 量 家 个 准 监 心  
标 本 起 准 位 草 副 家 查、 暨 业 检 监 与 质 量 家 个 准 监 心  
标 本 主 准 起、 、 棘 赵、 梁 如 魏 勇 。 舒 姚 波 张 彦 : 董 恩  
标 。 本 首 次 准 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)的含量。本标准适用于米线中甲醛次硫酸氢钠(吊白块)含量的测定。方法的检出限为0.05mg/kg。

### 2 方法原理

以离子色谱法测定。试样经提取、净化、衍生化后，用离子色谱法测定。该方法灵敏度高，选择性好，适用于微量甲醛次硫酸氢钠的测定。

### 3 试剂和溶液

- 3.1 实验用水：电阻率 $\geq 5 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 的去离子水。
- 3.2 试剂：氢氧化钠、次硫酸氢钠、磷酸二氢钾、磷酸氢二钾、磷酸、冰乙酸、甲醇、乙腈、四氢硼酸钠、三乙胺、二甲基亚砜(DMSO)、正己烷、正庚烷、正辛烷、正壬烷、正癸烷、正十一烷、正十二烷、正十三烷、正十四烷、正十五烷、正十六烷、正十七烷、正十八烷、正十九烷、正二十烷、正二十一烷、正二十二烷、正二十三烷、正二十四烷、正二十五烷、正二十六烷、正二十七烷、正二十八烷、正二十九烷、正三十烷、正三十一烷、正三十二烷、正三十三烷、正三十四烷、正三十五烷、正三十六烷、正三十七烷、正三十八烷、正三十九烷、正四十烷、正四十一烷、正四十二烷、正四十三烷、正四十四烷、正四十五烷、正四十六烷、正四十七烷、正四十八烷、正四十九烷、正五十烷。
- 3.3 标准物质：次硫酸氢钠标准物质。
- 3.4 0.01 mol/L 次硫酸氢钠标准溶液：称取0.1000 g次硫酸氢钠，溶于100 mL水中。
- 3.5 标准曲线：用标准物质配制一系列浓度的标准溶液，测定其峰面积，绘制标准曲线。
- 3.6 C18 前处理柱：每根柱长150 mm，内径4.6 mm，填料为C18。
- 3.7 标准物质：次硫酸氢钠标准物质，纯度 $\geq 99.9\%$ 。
- 3.8 0.01 mg/mL 标准溶液：称取0.0100 g次硫酸氢钠，溶于100 mL水中。

### 4 仪器设备

- 4.1 离子色谱仪：带抑制器、柱温箱、电导检测器。
- 4.2 液相色谱仪：带梯度洗脱装置。
- 4.3 4000 rpm 离心机：用于离心处理。
- 4.4 破碎组：用于破碎样品。
- 4.5 超提波声仪：用于提取样品。
- 4.6 具 150 mL 三角瓶：用于盛放样品。
- 4.7 10 mL 离心管：用于离心处理。
- 4.8 0.0001 g 天平：用于称量标准物质。
- 4.9 20  $\mu\text{L}$  移液器、100  $\mu\text{L}$  移液器、1000  $\mu\text{L}$  移液器：用于移液。

### 5 分析步骤

#### 5.1 试样制备及提取

代 样 ， 表的 0.01 g 取 样 50 ml 混 匀 ， 于 0.01 mol/L NaOH 中 加 10 min ， 超 提 波 声 取 转 移 ， 4000 rpm 离 心 5 min ， 备 离 心

5.2 试样净化

C18 5 mL 柱10次用 , 醇小超 和 清 提前过 mL 液柱溶, 取 弃  
5 mL , 收 0.45 μm 液 出 集经S过滤 膜滤器样装孔 , 入自进 动管中 子微

5.3 仪器测定

5.3.1 色谱参考条件

AS 19 糖 , AG 19 子糖 析柱 分型程 : 阴  
30 °C。 柱 温 :  
10 mmol/L KOH。液淋 洗 :  
1.0 mL /min。 流速 :  
ASRS—UL其TRAI糖 4条m 抑 器 制 :  
抑 99 mA 电。流 电 导 检 测 ;  
样品 25 μL。 进 积 :  
仪器 方法中, 所 仪器 俄列可置 仅能 参考 配 及用使置 均 同

5.3.2 测定

别移糖 次磷酸甲糖(mg/mL)0.0 准、容50 mL、1.00 mL、2.00 mL、  
5.00 mL、10.00 mL 10 mL , 于比 管 提用。液 定刻 致摇匀度0.5mg容配0.5和于 液度  
mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、5.00 mg/L、10.00 mg/L 的 标 次磷酸甲糖 45 μ系准液溶  
微 的 AS过滤 膜滤器样装孔 入自进1 动管中按 , 品 糖件(A糖检 积测  
(C, mg/L) , 标进行。性净归 得线到准 化的回曲 提取 液进行 检取, 俄 测  
标 。 法定外 量

6 分析结果的表示

1) 定的 果按 分量计式算 :

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

中 式 :

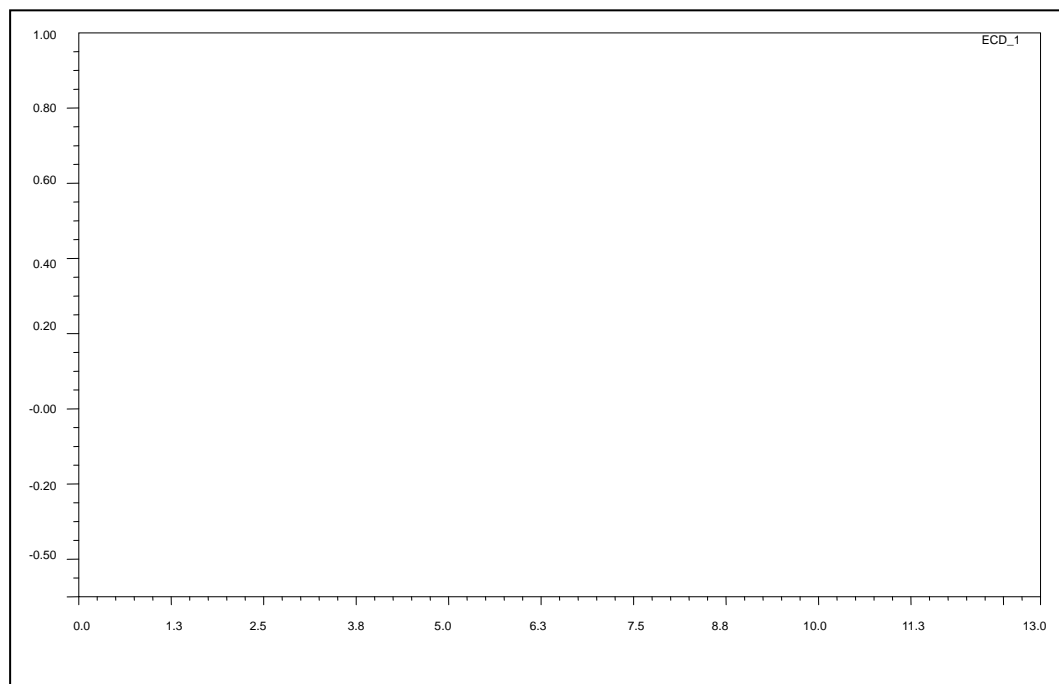
X—— , 次磷酸甲糖 (g/kg) 糖 糖 量 单 千  
c—— 样 液 , 中次磷酸甲糖 (mg/L)液 糖 糖 单  
v—— 样 体 , 液 积 位 糖 单 升 ;  
m—— 样 , (g)。 位 为质 量 单  
样 平 行 , 取糖 测 3 算 效数计 果糖 糖 位 有

7 精密度

糖 重性 条的 得获独 与立 糖 测 不值糖 10在算。 糖对 差均于应

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



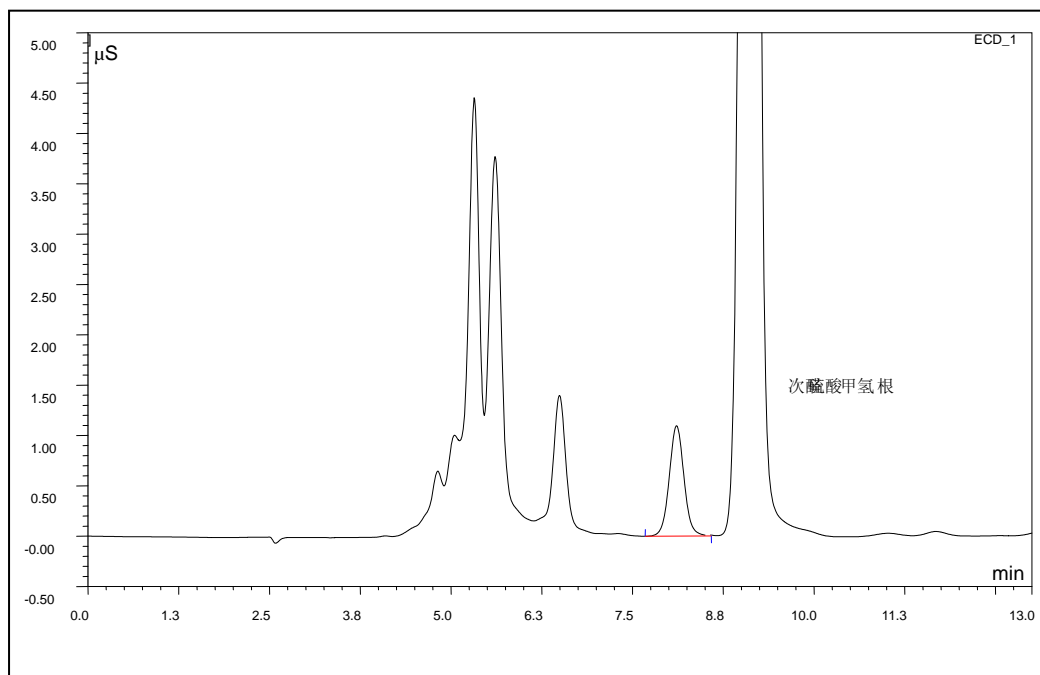


图 A.3 含 40mg/L 甲醛次硫酸氢钠米线提取液在 AS — 19 阴离子柱分析柱上的色谱图