



中华人民共和国国家标准

GB 5009.291—2023

食品安全国家标准

食品中氯酸盐和高氯酸盐的测定

2023-09-06 发布

2024-03-06 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国家市场监督管理总局 发布

食品安全国家标准

食品中氯酸盐和高氯酸盐的测定

1 范围

本标准规定了食品中氯酸盐和高氯酸盐的液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于蔬菜及其制品、水果及其制品、谷物及其制品、肉及肉制品、水产品、蛋及蛋制品、乳及乳制品、调味品、饮料类、婴幼儿配方食品和婴幼儿辅助食品、茶叶中氯酸盐和高氯酸盐的测定。

2 原理

试样中的氯酸盐和高氯酸盐用酸化的乙腈水混合溶液提取,固相萃取柱净化,采用高效液相色谱分离,串联质谱检测,同位素内标法定量。

3 试剂和材料

除非另有说明,本方法所有试剂均为色谱级,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

3.1 试剂

3.1.1 乙腈(CH_3CN)。

3.1.2 甲醇(CH_3OH)。

3.1.3 甲酸(HCOOH)。

3.2 试剂配制

3.2.1 0.1%甲酸水溶液:取 1 mL 甲酸,用水稀释定容至 1 000 mL,混匀。

3.2.2 乙腈-甲酸水溶液:取 60 mL 乙腈,用 0.1%甲酸水溶液定容至 100 mL,混匀。

3.3 标准品

3.3.1 氯酸钠(NaClO_3 , CAS 号:7775-09-9):纯度 $>99\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

3.3.2 高氯酸钠(NaClO_4 , CAS 号:7601-89-0):纯度 $>99\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

3.3.3 $^{18}\text{O}_3$ -氯酸盐(氯酸盐同位素内标): $100\ \mu\text{g}/\text{mL}$ (以 $^{18}\text{O}_3$ -氯酸根计)。

3.3.4 $^{18}\text{O}_4$ -高氯酸盐(高氯酸盐同位素内标): $100\ \mu\text{g}/\text{mL}$ (以 $^{18}\text{O}_4$ -高氯酸根计)。

3.4 标准溶液配制

3.4.1 氯酸盐标准储备液($1.0\ \text{mg}/\text{mL}$,以氯酸根计):准确称取氯酸钠 1.280 1 g,用水溶解并定容至 1 000 mL,混匀。 $2\ ^\circ\text{C}\sim 8\ ^\circ\text{C}$ 保存,有效期为 1 年。

3.4.2 高氯酸盐标准储备液($1.0\ \text{mg}/\text{mL}$,以高氯酸根计):准确称取高氯酸钠 1.230 0 g,用水溶解并定