ICS 69
CCS X 60

QB

中 华 人 民 共 和 国 轻 工 行 业 标 准

QB/T XXXXX—XXXX

富铬酵母中三价铬和六价铬的测定

Determination of trivalent chromium and hexavalent chromium in chromium-rich yeasts

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部　　发 布

前　　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则　第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国食品工业标准化技术委员会工业发酵分技术委员会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

富铬酵母中三价铬和六价铬的测定

1 范围

本文件规定了富铬酵母中三价铬和六价铬的测定方法。

本文件适用于富铬酵母中三价铬和六价铬的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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。

GB 5009.123-2023 食品安全国家标准 食品中铬的测定

3 原理

试样中六价铬经过铬酸根离子的磷酸氢二钾缓冲溶液提取，离心滤膜后，通过液相色谱仪-紫外检测器检测将干扰物分离与衍生试剂（二苯氮基脲）混合，利用铬酸根的强氧化性，在酸性环境下氧化二苯氮基脲并且络合成紫红色的络合物，外标法进行定量。

4 试剂和材料

除另有说明外，所有试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

4.1 试剂

4.1.1 硝酸：GR。

4.1.2 硫酸：GR。

4.1.3 氨水：AR。

4.1.4 甲醇：HPLC 级。

4.1.5 二苯氮基脲：AR，CAS140-22-7。

4.1.6 三水磷酸氢二钾：AR。

4.1.7 重铬酸钾：纯度 98%，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

4.2 试剂配置

4.2.1 磷酸氢二钾缓冲提取液（0.1 mol/L）：称取 22.822 g 三水磷酸氢二钾（4.1.6），加水溶解，调 pH 至 7.9~8.1，定容 1 L。

4.2.2 硫酸溶液（2 mol/L）：取 27.2 mL 浓硫酸（4.1.2），缓慢加入盛有 200 mL 水的烧杯中，待冷却后，转移至 250 mL 容量瓶，并定容。

4.2.3 硫酸使用溶液（pH=1.5）：取 900 mL 水，用 2 mol/L 硫酸溶液（4.2.2）调节 pH 在 1.1~1.5 之间。

4.2.4 柱后衍生溶液：称取 0.8 g 二苯氮基脲（4.1.5），用 100 mL 甲醇溶解，加硫酸使用溶液（4.2.3），定容至 1 L。

4.2.5 六价铬标准储备液（1.0 mg/mL）：称取 0.2829g 重铬酸钾（4.1.7），加水溶解，定容至 100 mL。

4.2.6 六价铬中间液（10 mg/L）：吸取 1.0 mL 六价铬储备液（4.2.5）于 100 mL 容量瓶中，用水定容。

4.2.7 六价铬中间使用液（100 μg/L）：吸取 1.0 mL 六价铬中间储备液（4.2.6）于 100 mL 容量瓶中，用水定容。

4.2.8 六价铬标准系列溶液：分别吸取 0 mL、0.25 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL 六价铬中间使用液于 50 mL 容量瓶中，用水定容至刻度线，混匀。该标准系列的标准分别为：0 μg/L、0.5 μg/L、1.0 μg/L、2.0 μg/L、4.0 μg/L、10.0 μg/L、20.0 μg/L，现用现配。

5 仪器与设备

5.1 液相色谱仪：带柱后衍生、二极管阵列检测器或紫外可见光检测器。

5.2 电子天平：感量 0.1 mg。

5.3 离心机：转速≥10000 r/min。

5.4 pH 计：精度±0.01。

6 试验步骤

准确称取 1.0 g 样品于 50 mL 离心管内，加入 25 mL 磷酸氢二钾缓冲提取液，涡旋振荡 2 min，重复 3 次，10000 r/min 离心 5 min，取上清液过 0.45 μm 膜，上机分析。同时做空白。

7 仪器参考条件

7.1 色谱柱：阴离子交换色谱柱，4.6×250 mm，5μm 或同效果色谱柱。

7.2 流动相：准确移取 5.0 mL 硝酸（4.1.1）和 7.0 mL 氨水（4.1.3），加水 950 mL，pH 调节至 7.0~7.5 之间，定容至 1L，超声脱气。

7.3 流动相流速：0.6 mL/min。

7.4 衍生液流速：0.6 mL/min。

7.5 衍生箱温度：60℃。

7.6 进样量：50 μL。

7.7 检测波长：540 nm。

7.8　参比波长：350 nm。

8　定性分析

将六价铬混合标准系列工作液和试样溶液进行测定，以六价铬的保留时间进行定性。定性色谱参见附录A。

9　样品测定

取制备的试样溶液，按照仪器参考条件测定，根据待测物峰面积与标准品溶液峰面积之比，计算待测液中六价铬的含量。

10　结果计算

10.1　样品中六价铬含量组分含量按式（1）计算：

以待测物峰面积为纵坐标，以质量浓度为横坐标，绘制标准曲线。

样品含量的计算：

$$\omega_1 = \frac{c \times V \times f}{m \times 1000} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots（1）$$

式中：

ω_1—六价铬的含量（mg/kg）

c—根据标曲计算的六价铬浓度（μg/L）

V—样品稀释体积（mL）

f—稀释倍数

m—称样质量（g）

10.2　样品中三价铬含量组分含量按式（2）计算：

$$\omega_1 = X - \omega_1 \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots（2）$$

式中:

ω—三价铬的含量（mg/kg）

X—食品中铬的含量，测试方法见GB 5009.123-2023

ω_1—六价铬的含量（mg/kg）

11　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应超过其算术平均值的 10%。

12　检测限和定量限

本方法中六价铬的检出限为 0.02 mg/kg，定量限为 0.05 mg/kg。

附　录　A
（资料性附录）
标准品和样品图谱

标准品和样品的色谱图见图A.1和图A.2。

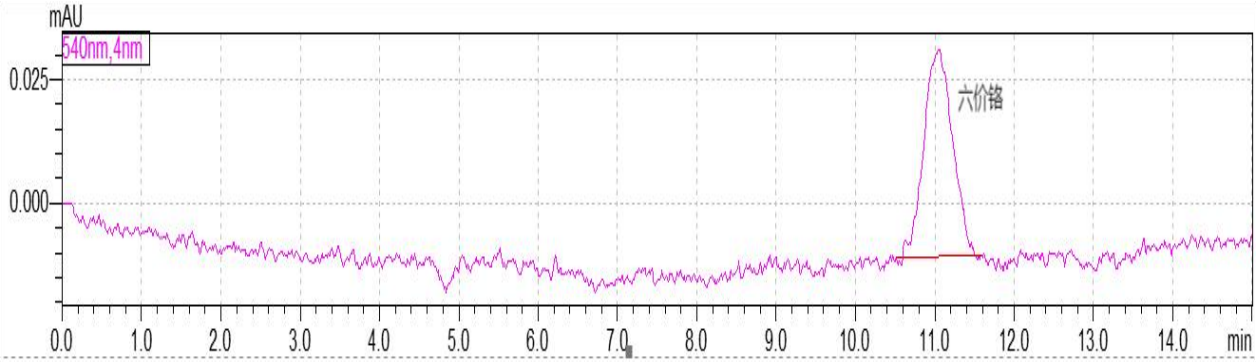

图 A.1 标准品色谱图

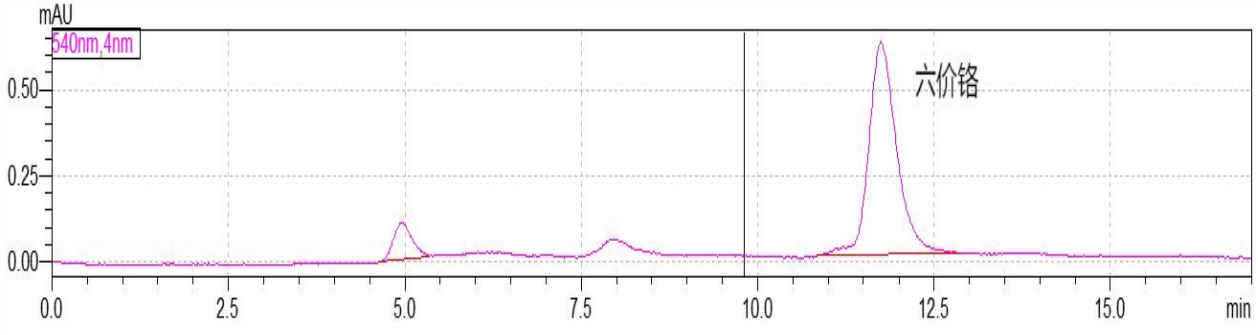

图 A.2 样品色谱图