

# BJS

## 食品补充检验方法

BJS 201910

---

### 茶叶中美术绿(铅铬绿)的测定

2019-05-05 发布

---

国家市场监督管理总局 发布

# 茶叶中美术绿(铅铬绿)的测定

## 1 范围

本方法第一篇规定了茶叶中铬酸铅含量的测定方法;第二篇规定了茶叶中美术绿的定性方法。  
本方法第一篇适用于茶叶中铬酸铅的测定;第二篇适用于茶叶中美术绿的定性判定。

## 2 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 2.1

**美术绿** **lead chrome green**

铅铬绿

用铬酸铅颜料沉淀到铁蓝颜料分散体上,或使用铬酸铅颜料与铁蓝颜料混合均能制备出的一种颜料。

注:美术绿的主要成分为铬酸铅和铁蓝,且铬酸铅的比例不低于50%。

## 3 美术绿综合判定

本方法通过测定茶叶中的铅和铬酸根,判定茶叶中是否含有铬酸铅。当铬酸铅检出时,需要定性测定茶叶中铁蓝,当铁蓝检出时,判定茶叶中含有美术绿。茶叶中的美术绿以铬酸铅的含量表示,根据9.2计算铬酸铅的含量,从而标示茶叶中美术绿的含量。

## 第一篇 铬酸铅的测定

铅含量的测定采用 GB 5009.12 的方法, $\text{CrO}_4^{2-}$ 的测定选用下述方法。

### 第一法 高效液相色谱-电感耦合等离子体质谱联用法(HPLC-ICP/MS)

## 4 原理

茶叶样品经灰化后,其中的 $\text{CrO}_4^{2-}$ 经碱性提取液提取后,以液相色谱进行分离,分离后的目标化合物经过雾化由载气送入 ICP 炬焰中,经蒸发、解离、原子化、电离等过程,大部分转化为带正电荷的正离子,经离子采集系统进入质谱仪,质谱仪根据质荷比进行分离测定。以保留时间和质荷比定性,外标法定量。

## 5 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为优级纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

## 5.1 试剂

5.1.1 硝酸(HNO<sub>3</sub>)。

5.1.2 氨水(NH<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O)。

5.1.3 氢氧化钠(NaOH):分析纯。

5.1.4 无水碳酸钠(Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>)。

## 5.2 试剂配制

5.2.1 碱性提取液(0.1 mol/L NaOH 和 0.056 mol/L Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>):称取(4.0±0.05)g NaOH(5.1.3)和(5.0±0.05)g Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>(5.1.4)溶解并定容至 1 L,将溶液在 20 °C~25 °C 下密封保存于聚乙烯瓶中,使用时 pH 应达到 11.5 以上,有效期 1 个月。

5.2.2 碱性提取液(0.2 mol/L NaOH 和 0.112 mol/L Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>):称取(8.0±0.05)g NaOH(5.1.3)和(12.0±0.05)g Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>(5.1.4)溶解并定容至 1 L,将溶液在 20 °C~25 °C 下密封保存于聚乙烯瓶中,使用时 pH 应达到 11.5 以上,有效期 1 个月。

5.2.3 硝酸溶液(5 mol/L):取 357 mL 硝酸(5.1.1)用水定容至 1 000 mL,混匀待用。溶液在 20 °C~25 °C 下避光保存,如溶液呈黄色需重新配制。

5.2.4 硝酸溶液(1+9):取 10 mL 硝酸(5.1.1)与 90 mL 水混合,摇匀。

5.2.5 氨水溶液(1+9):取 10 mL 氨水(5.1.2)与 90 mL 水混合,摇匀。

5.2.6 硝酸铵溶液(0.05 mmol/L):一定量水中加入 3.4 mL 硝酸(5.1.1)和 3.7 mL 氨水(5.1.2),用水定容至 1 L,摇匀;用硝酸溶液(5.2.4)或氨水溶液(5.2.5)调节 pH 在 7.0~7.2 范围内。

## 5.3 标准品

铬酸铅:Lead chromate,CAS 号:7758-97-6,分子式 PbCrO<sub>4</sub>,相对分子质量 323.18,纯度≥99%。

## 5.4 标准溶液的配制

5.4.1 CrO<sub>4</sub><sup>2-</sup>标准储备液:准确称取 0.027 9 g 铬酸铅标准物质,于 100 mL 烧杯中,加入 50 mL 碱性提取液(5.2.2)置于恒温磁力搅拌水浴锅中,在 90 °C~95 °C 温度下不间断搅拌 30 min,取出后冷却至室温后转移至 100 mL 容量瓶中,用水冲洗烧杯并转移至容量瓶中,用水定容至刻度。溶液中 CrO<sub>4</sub><sup>2-</sup>的质量浓度为 100 mg/L。或使用六价铬标准溶液进行配制。

5.4.2 CrO<sub>4</sub><sup>2-</sup>标准工作液:

取 1.0 mL CrO<sub>4</sub><sup>2-</sup>标准储备液(5.4.1)用硝酸铵溶液(5.2.6)定容至 10 mL,制得标准中间液,质量浓度为 10 mg/L。

分别吸取 0.05 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL 标准中间液于 100 mL 容量瓶中,用硝酸铵溶液(5.2.6)定容并混匀,过水系微孔滤膜(0.45 μm),待上机测定。该标准工作液 CrO<sub>4</sub><sup>2-</sup>的质量浓度分别为 5 μg/L、10 μg/L、20 μg/L、50 μg/L、100 μg/L、200 μg/L、500 μg/L。该标准工作液现用现配。

## 6 仪器和设备

注:玻璃器皿及坩埚均需以硝酸溶液(1+4)浸泡 2 h,用水反复冲洗,最后用去离子水冲洗干净。

6.1 高效液相色谱-电感耦合等离子体质谱联用仪(HPLC-ICP/MS)。

6.2 分析天平:感量为 0.1 mg 和 0.01 g。

6.3 可调式电阻炉,功率为 2 000 W。

- 6.4 磁力搅拌恒温水浴锅:能在 90 °C~95 °C 恒温。
- 6.5 pH 计:精度为 0.01。
- 6.6 样品粉碎装置。

## 7 试样制备与保存

茶叶样品去杂后,放入粉碎机中粉碎,样品全部过标准网筛(425  $\mu\text{m}$ ),储于洁净容器中,至于阴凉干燥处密封保存,备用。

## 8 分析步骤

### 8.1 样品提取

准确称取粉碎均匀的茶叶样品 1 g(精确到 0.01 g)于 100 mL 坩埚中,将坩埚置于电炉上以最大功率灼烧至无白烟。冷却至室温后加入 50 mL 碱性提取液(5.2.1),置于磁力搅拌恒温水浴锅中,在 90 °C~95 °C 温度下不间断搅拌 30 min,取出后冷却至室温,定容至 100 mL 容量瓶中,从中取 1.0 mL 用硝酸铵溶液(5.2.6)定容至 50 mL(或根据实际浓度适当稀释),过水系微孔滤膜(0.45  $\mu\text{m}$ ),待上机测定。按同一操作方法作空白试验。

### 8.2 仪器参考条件

#### 8.2.1 液相色谱参考条件:

- a) 色谱柱:G3268-80001 色谱柱,(柱长 30 mm,内径 4.6 mm),或等效柱;
- b) 流动相:0.05 mmol/L 的硝酸铵溶液(5.2.6);
- c) 洗脱方式:等度洗脱;
- d) 流速:0.6 mL/min;
- e) 进样量:50  $\mu\text{L}$ 。

#### 8.2.2 电感耦合等离子体质谱仪参考条件:

模式:碰撞反应池模式;RF 入射功率为 1 600 W;载气为高纯氦气;载气流速为 1.0 L/min;雾化器:漩流雾化器;碰撞反应气(He),流速为 3.5 mL/min;检测质量数  $m/z=52(\text{Cr})$ 。

### 8.3 定量测定

#### 8.3.1 标准曲线的制作

吸取标准系列溶液(5.4.2)50  $\mu\text{L}$  注入液相色谱-电感耦合等离子质谱仪,按仪器参考条件(8.2)进行测定,得到相应的色谱图,以保留时间定性。以标准系列溶液中目标化合物的质量浓度为横坐标,以色谱峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。

#### 8.3.2 试样溶液的测定

在相同条件下,吸取空白溶液、试样溶液(8.1)50  $\mu\text{L}$  注入液相色谱-电感耦合等离子质谱联用仪进行测定,得到相应色谱图(参见附录 A),以保留时间定性。根据标准曲线得到待测液中组分的含量,平行测定次数不少于两次。

## 9 结果计算

9.1 试样中铬酸根( $\text{CrO}_4^{2-}$ )的含量按式(1)计算:

$$X = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000 \times 1\,000} \times f \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X ——试样中  $\text{CrO}_4^{2-}$  的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- $\rho_1$  ——样品溶液中  $\text{CrO}_4^{2-}$  的质量浓度,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );
- $\rho_0$  ——溶剂空白中  $\text{CrO}_4^{2-}$  的质量浓度,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );
- V ——试样溶液定容体积,单位为毫升(mL);
- m ——样品质量,单位为克(g);
- f ——试样溶液稀释倍数;
- 1 000 ——换算系数。

9.2 试样中铬酸铅含量的计算：

当  $\text{CrO}_4^{2-}$  含量/Pb 含量  $\geq 0.5597$  时,试样测得的 Pb 含量乘以换算系数 1.560,即得铬酸铅(以  $\text{Pb-CrO}_4$  计)的含量;当  $\text{CrO}_4^{2-}$  含量/Pb 含量  $< 0.5597$  时,试样测得的  $\text{CrO}_4^{2-}$  含量乘以换算系数 2.787,即得铬酸铅(以  $\text{PbCrO}_4$  计)的含量。

计算结果保留三位有效数字。

10 检测方法的精密度、灵敏度、准确度

10.1 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得超过算术平均值的 10%。

10.2 灵敏度

当称样量为 1.0 g,定容体积为 100 mL 后稀释 50 倍测定时, $\text{PbCrO}_4$  检出限为 10 mg/kg,定量限 30 mg/kg。

10.3 准确度

本方法  $\text{CrO}_4^{2-}$  添加浓度在 30 mg/kg~300 mg/kg 范围内,回收率为 87.1%~105.9%。

第二法 离子色谱法(IC 法)

11 原理

茶叶样品经灼烧后,其中的  $\text{CrO}_4^{2-}$  经碱性提取液提取,在碱性条件下( $\text{pH}=9.0\pm 0.5$ ),采用阴离子交换色谱柱分离,离子色谱-电导检测器测定,外标法定量。

12 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为优级纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

12.1 试剂

- 12.1.1 浓硫酸( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )。
- 12.1.2 硝酸( $\text{HNO}_3$ )。

12.1.3 碳酸氢钠( $\text{NaHCO}_3$ )。

12.1.4 氢氧化钠( $\text{NaOH}$ ):分析纯。

12.1.5 无水碳酸钠( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ )。

## 12.2 试剂配制

12.2.1 碱性提取液:配制同 5.2.1。

12.2.2 硝酸溶液(5 mol/L):配制同 5.2.3。

12.2.3 淋洗液储备液(40 mmol/L 碳酸钠和 10 mmol/L 碳酸氢钠混合溶液):分别称取 4.25 g 无水碳酸钠(12.1.5)和 0.84 g 碳酸氢钠(12.1.3),用水溶解并定容至 1 L,混匀待用。

12.2.4 淋洗液使用液(4 mmol/L 碳酸钠和 1 mmol/L 碳酸氢钠混合溶液):将淋洗液储备液(12.2.3)用水稀释 10 倍,混匀,经水系微孔滤膜(0.45  $\mu\text{m}$ )抽滤后使用。

12.2.5 再生液:吸取 2 mL 浓硫酸(12.1.1)用水定容至 1 L,摇匀,经水系微孔滤膜(0.45  $\mu\text{m}$ )抽滤后使用。

## 12.3 标准品

同 5.3。

## 12.4 标准溶液的配制

12.4.1 铬酸根( $\text{CrO}_4^{2-}$ )标准储备液:配制同 5.4.1。

12.4.2  $\text{CrO}_4^{2-}$  标准工作液:

取质量浓度为 100 mg/L 的  $\text{CrO}_4^{2-}$  标准储备液(5.4.1)10 mL 用水定容至 100 mL,制得标准中间液,质量浓度为 10 mg/L。

分别吸取 0.2 mL、0.5 mL、1.0 mL、5.0 mL、10.0 mL、20.0 mL 标准中间液于 100 mL 容量瓶中,用水定容并混匀,过水系微孔滤膜,待上机测定。该标准工作液  $\text{CrO}_4^{2-}$  的质量浓度分别为 0.02  $\mu\text{g/mL}$ 、0.05  $\mu\text{g/mL}$ 、0.10  $\mu\text{g/mL}$ 、0.50  $\mu\text{g/mL}$ 、1.00  $\mu\text{g/mL}$ 、2.00  $\mu\text{g/mL}$ 。该标准工作液现用现配。

## 13 仪器和设备

13.1 离子色谱仪,电导检测器,碳酸盐淋洗系统。如采用氢氧根系统,条件参见附录 B。

13.2 分析天平:感量 0.1 mg 和 0.01 g。

13.3 可调式电阻炉,功率为 2 000 W。

13.4 磁力搅拌恒温水浴锅:能在 90  $^{\circ}\text{C}$ ~95  $^{\circ}\text{C}$  恒温。

13.5 pH 计:精度为 0.01。

13.6 样品粉碎装置。

## 14 试样制备与保存

同第 7 章。

## 15 分析步骤

### 15.1 样品提取

准确称取粉碎均匀的茶叶样品 1 g(精确到 0.01 g)于 100 mL 坩埚中,将坩埚置于电炉上以最大功

率灼烧至无白烟。冷却至室温后加入 50 mL 碱性提取液(5.2.1),置于恒温磁力搅拌水浴锅中,在 90 °C~95 °C 温度下不间断搅拌 30 min,取出后冷却至室温,转移至 100 mL 烧杯中,用硝酸溶液(5.2.3)调 pH 至 9.0 ± 0.5 后转移至 500 mL 容量瓶中,用水定容并混匀。过水系微孔滤膜(0.45 μm),待上机测定。按同一操作方法作空白试验。

### 15.2 离子色谱条件

离子色谱条件如下:

- a) 色谱柱: Metrosep A Supp 5-150 或相当的阴离子色谱柱;
- b) 检测器: 电导检测器;
- c) 抑制器: MSM II 化学抑制器;
- d) 柱温: 30 °C;
- e) 流速: 0.7 mL/min;
- f) 进样量: 20 μL。

### 15.3 定量测定

#### 15.3.1 标准曲线的制作

吸取标准系列溶液(12.4.2)20 μL 注入离子色谱仪,按仪器参考条件(15.2)进行测定,得到相应的色谱图,以保留时间定性。以标准系列溶液中目标化合物的质量浓度为横坐标,以色谱峰的峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。

#### 15.3.2 样品测定

在相同条件下,分别吸取空白溶液、试样溶液(15.1)20 μL,按仪器参考条件(15.2)进行测定,得到相应色谱图(参见附录 C),以保留时间定性。根据标准曲线得到待测液中组分的质量浓度,平行测定次数不少于两次。

## 16 结果计算

16.1 试样中铬酸根(CrO<sub>4</sub><sup>2-</sup>)的含量按式(2)计算:

$$X = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- X —— 试样中 CrO<sub>4</sub><sup>2-</sup> 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- ρ<sub>1</sub> —— 样品溶液中 CrO<sub>4</sub><sup>2-</sup> 的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- ρ<sub>0</sub> —— 样品空白液中 CrO<sub>4</sub><sup>2-</sup> 的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V —— 试样溶液定容体积,单位为毫升(mL);
- 1 000 —— 换算系数;
- m —— 样品质量,单位为克(g)。

16.2 试样中铬酸铅含量的计算:

同 9.2。

计算结果保留三位有效数字。

## 17 方法的精密度、灵敏度、准确度

### 17.1 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得超过算术平均值的 10%。

### 17.2 灵敏度

当称样量为 1.0 g, 定容体积为 500 mL 时,  $\text{PbCrO}_4$  检出限为 10 mg/kg, 定量限 30 mg/kg。

### 17.3 准确度

本方法  $\text{CrO}_4^{2-}$  添加浓度在 30 mg/kg~300 mg/kg 范围内, 回收率为 85.17%~107.59%。

## 第二篇 铁蓝定性验证

## 18 原理

铁蓝的主要成分亚铁氰根在酸性条件下蒸馏分解出氰化物, 与氯胺 T 反应, 生成氯化氰, 与显色剂生成蓝色染料, 分光光度法测定。

## 19 试剂和材料

除非另有说明, 本方法所用试剂均为分析纯, 水为 GB/T 6682 规定的三级水。

### 19.1 试剂

- 19.1.1 氢氧化钠( $\text{NaOH}$ )。
- 19.1.2 无水磷酸氢二钠( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ )。
- 19.1.3 无水磷酸二氢钾( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ )。
- 19.1.4 氯胺 T( $\text{C}_7\text{H}_7\text{ClNNaO}_2\text{S} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )。
- 19.1.5 酒石酸( $\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$ )。
- 19.1.6 酚酞( $\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4$ )。
- 19.1.7 1-苯基-3-甲基-5-吡唑啉酮( $\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{N}_2\text{O}$ )。
- 19.1.8 冰乙酸( $\text{CH}_3\text{COOH}$ )。
- 19.1.9 无水乙醇( $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ )。
- 19.1.10 吡啶( $\text{C}_5\text{H}_5\text{N}$ )。
- 19.1.11 甲基橙( $\text{C}_{14}\text{H}_{14}\text{N}_3\text{SO}_3\text{Na}$ )。

### 19.2 试剂配制

- 19.2.1  $\text{NaOH}$  溶液(0.1 mol/L): 准确称取 1.0 g  $\text{NaOH}$ (19.1.1), 用水定容至 250 mL, 摇匀待用。
- 19.2.2  $\text{NaOH}$  溶液(0.5 mol/L): 准确称取 5.0 g  $\text{NaOH}$ (19.1.1), 用水定容至 250 mL, 摇匀待用。
- 19.2.3 磷酸盐缓冲溶液(pH=7.0): 准确称取 42.6 g 无水磷酸氢二钠(19.1.2)和 13.6 g 无水磷酸二氢钾(19.1.3), 加水溶解, 定容至 1 L, 摇匀待用。
- 19.2.4 氯胺 T 溶液(10 g/L): 准确称取 1.0 g 氯胺 T(19.1.4), 用水定容至 100 mL, 摇匀待用, 现用



现配。

19.2.5 酚酞指示液:准确称取 1.0 g 酚酞(19.1.6)于 60 mL 无水乙醇(19.1.9)中,加水 40 mL,摇匀待用。

19.2.6 吡啶-吡啶啉酮溶液(5 g/L):准确称取 1.0 g 1-苯基-3-甲基-5-吡啶啉酮(19.1.7),溶于 200 mL 无水乙醇(19.1.9)中,加 1.2 mL 吡啶(19.1.10),混匀待用,现用现配。

19.2.7 乙酸溶液(0.1 mol/L):准确吸取 1.15 mL 冰乙酸(19.1.8),用水定容至 200 mL,摇匀待用。

19.2.8 甲基橙指示剂(0.5 g/L):准确称取 50 mg 甲基橙(19.1.11),溶于水中,定容至 100 mL,摇匀待用。

### 19.3 标准品

铁蓝:Prussian Blue, CAS 号:14038-43-8,分子式  $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$ , 相对分子质量 859.23,纯度  $\geq 99\%$ 。

### 19.4 参比溶液配制

准确称取 0.015 0 g 铁蓝标准物质于 250 mL 高型烧杯中,准确加入 100 mL NaOH 溶液(19.2.1),于室温下振荡 30 min 后,取 10.0 mL 定容至 100 mL,取稀释液 1.0 mL 于 500 mL 蒸馏烧瓶中,加水至液体总量约为 150 mL,加入 1 滴~2 滴甲基橙指示剂(19.2.8),再加入 2 g 酒石酸(19.1.5),溶液由橙黄色变为橙红色,迅速连接好蒸馏装置,将冷凝管下端插入盛有 10 mL NaOH 溶液(19.2.2)的 100 mL 容量瓶中,收集蒸馏液,调节温度将蒸馏速度控制在 2 mL/min~3 mL/min,当蒸馏液接近 100 mL 时,停止加热,取下容量瓶,用水定容至刻度,摇匀。此标准溶液中铁蓝的质量浓度为 0.15 mg/L。

## 20 仪器和设备

20.1 分光光度计:配 1 cm 比色池。

20.2 分析天平:感量 0.01 mg 和 0.01 g。

20.3 500 mL 蒸馏装置:配冷凝器和聚乙烯毛细管。

20.4 振荡器。

20.5 离心机。

## 21 分析步骤

### 21.1 试样制备

准确称取未经粉碎的茶叶样品 10 g(精确至 0.01 g),准确加入 100 mL NaOH 溶液(19.2.1)于 250 mL 高型烧杯中,于室温下振荡 30 min 后,用漏斗滤去茶叶,滤液于 3 000 r/min 离心 5 min,准确移取上清液 50 mL 于 500 mL 蒸馏烧瓶中,加水至液体总量约为 150 mL,加入 1 滴~2 滴甲基橙指示剂(19.2.8),再加入 2 g 酒石酸(19.1.5),溶液由橙黄色变为橙红色,迅速连接好蒸馏装置,将冷凝管下端插入盛有 10 mL NaOH 溶液(19.2.2)的 100 mL 容量瓶中,收集蒸馏液,调节温度将蒸馏速度控制在 2 mL/min~3 mL/min,当蒸馏液接近 100 mL 时,停止加热,取下容量瓶,用水定容至刻度,摇匀,待测。同时作空白试验,空白溶液除不加碱液(19.2.1)和酒石酸(19.1.5)外,均按本条操作。

### 21.2 测定

准确移取参比溶液(19.4)、样液(21.1)、空白溶液(21.1)及水(仪器零点校正液)各 5.0 mL 置于

25 mL比色管中,加入1滴酚酞指示液(19.2.5),用乙酸溶液(19.2.7)缓慢调至无色,加4.0 mL磷酸盐缓冲溶液(19.2.3)和0.3 mL氯胺 T 溶液(19.2.4),摇匀,静置3 min,加5.0 mL吡啶-吡啶啉酮溶液(19.2.6),摇匀,静置20 min,加水至刻度,摇匀。分光光度计于620 nm处,用1 cm比色池,测定吸光度值后比较。

## 22 定性判定

当扣除空白的样液吸光度值 $\geq$ 参比溶液的吸光度值时,即铁蓝有检出,反之,铁蓝未检出。

## 23 定量限

当称样量为10.0 g,蒸馏烧瓶移取量为50 mL,定容体积为100 mL时,铁蓝的定量限为3 mg/kg。

附录 A  
(资料性)  
HPLC-ICP/MS 法的色谱图

A.1 标准溶液色谱图(HPLC-ICP/MS 法)见图 A.1。

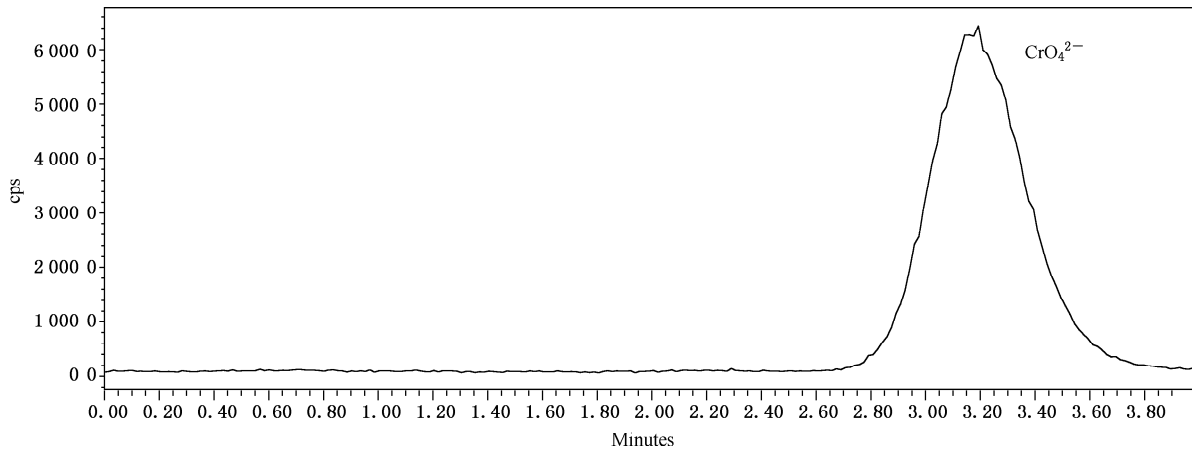


图 A.1 HPLC-ICP/MS 测得  $\text{CrO}_4^{2-}$  标准溶液色谱图(40  $\mu\text{g/L}$ )

A.2 基质加标色谱图(HPLC-ICP/MS 法)见图 A.2。

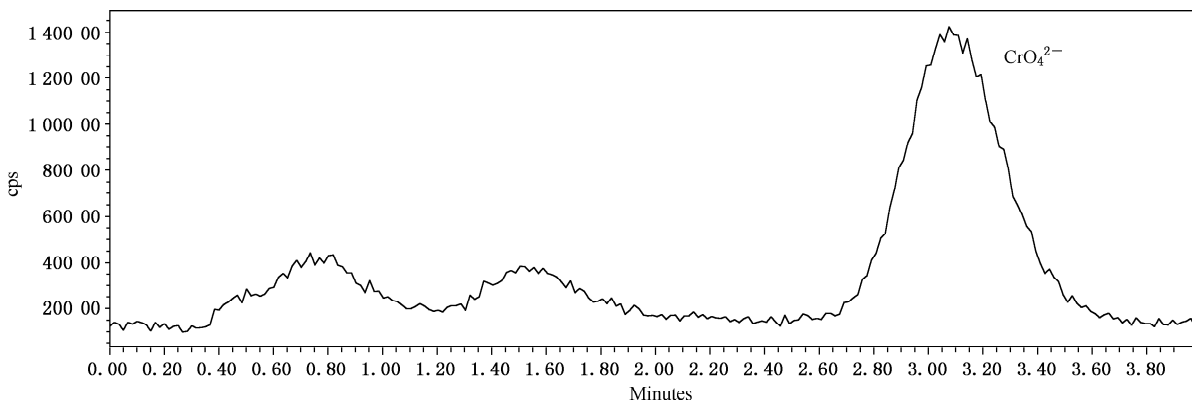


图 A.2 HPLC-ICP/MS 测得基质加标样品测定液中的  $\text{CrO}_4^{2-}$  色谱图(20  $\mu\text{g/L}$ )

附 录 B  
(资料性)  
离子色谱条件

具体条件如下所示：

- a) 色谱柱:AS-19(柱长 250 mm,内径 4 mm),或等效柱;
- b) 检测器:电导检测器;
- c) 抑制器:AERS 500;
- d) 淋洗系统:KOH 溶液,30 mmol;
- e) 注温:30 ℃;
- f) 流速:1.0 mL/min;
- g) 进样量:50  $\mu$ L。

附录 C  
(资料性)  
离子色谱法的色谱图

C.1 标准溶液色谱图(离子色谱法)见图 C.1。

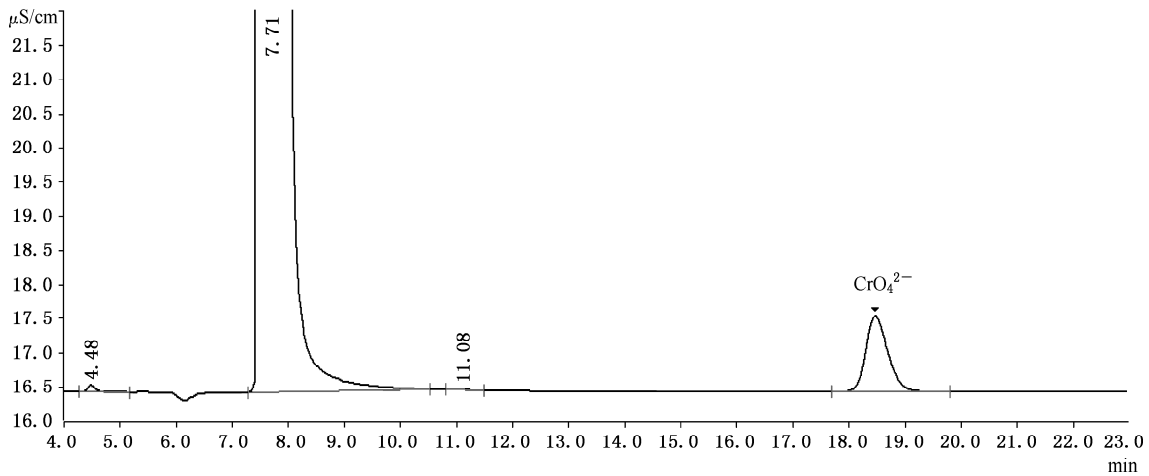


图 C.1 离子色谱测得  $\text{CrO}_4^{2-}$  标准溶液色谱图(10 mg/L)

C.2 基质加标色谱图(离子色谱法)见图 C.2。

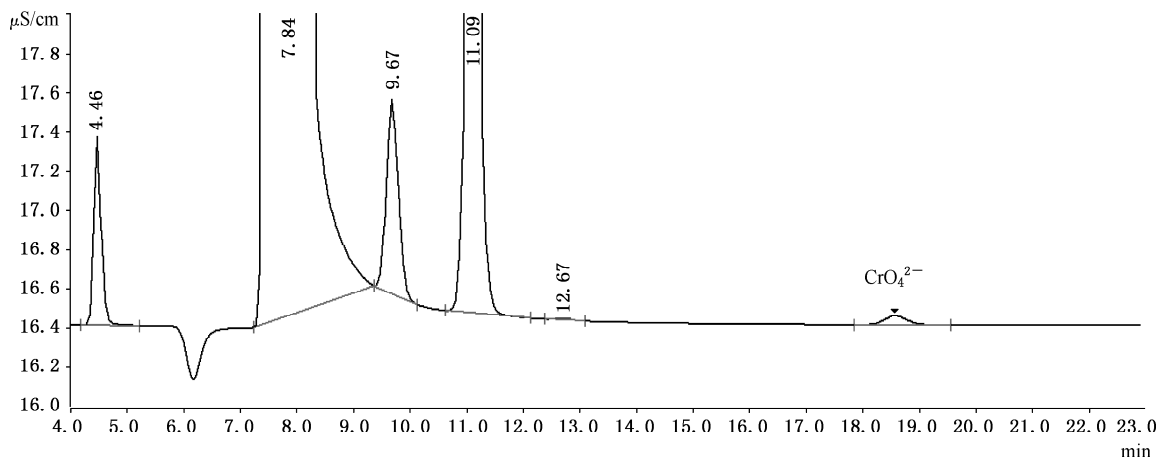


图 C.2 离子色谱测得基质加标样品测定液中的  $\text{CrO}_4^{2-}$  色谱图(0.2 mg/L)

本方法负责起草单位:吉林省食品检验所。

本方法参与验证单位:大连市食品检验所、广西-东盟食品药品安全检验检测中心、海南省食品检验检测中心、辽宁省食品检验检测院、北京市食品质量监督检验三站。

本方法主要起草人:石金娥、华蕾、王莹、李滢倩、王庆峰、刘斌。