

A. 10.2 仪器和设备

- A. 10.2.1 氟电极。
- A. 10.2.2 甘汞电极。
- A. 10.2.3 电位计。
- A. 10.2.4 磁力搅拌器。

A. 10.3 分析步骤

A. 10.3.1 氟标准工作溶液的配制

移取氟化物标准溶液 1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 分别置于五个 50 mL 容量瓶中,各加入 4 mL 盐酸溶液,加 25 mL 总离子强度缓冲液,用水稀释至刻度,摇匀。

A. 10.3.2 试验溶液的制备

称取约 1.5 g 试样,精确至 0.01 g,加入 4 mL 盐酸溶液、25 mL 总离子强度缓冲液,溶解,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

A. 10.3.3 测定

将氟电极和甘汞电极与电位计的负端和正端联接,将电极插入盛有水的 50 mL 聚乙烯塑料烧杯中,预热仪器,在磁力搅拌器上以恒速搅拌,读取平衡电位值,更换浸泡电极的水,至电极说明书中规定的电位值后,即可进行标准工作溶液和试样溶液的电位测定。

由低至高浓度分别测定氟标准工作溶液的平衡电位。以电极电位作纵坐标,氟离子浓度(mg/mL)作横坐标,在半对数坐标纸上绘制工作曲线。

同法测定试样溶液的平衡电位,从工作曲线上查出试样中的氟离子的浓度(mg/mL)。

A. 10.4 结果计算

氟化物含量以氟(F)的质量分数 w_4 计,数值以(mg/kg)表示,按公式(A. 3)计算:

$$w_4 = \frac{c \times 100}{m \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (A. 3)$$

式中:

c ——从工作曲线上查得的氟离子的浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

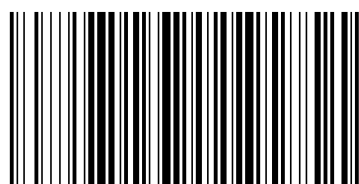
取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 10 mg/kg。



中华人民共和国国家标准

GB 25573—2010

食品安全国家标准 食品添加剂 过氧化钙



GB 25573-2010

版权专有 侵权必究

书号:155066·1-41445

定价: 16.00 元

2010-12-21 发布

2011-02-21 实施

中华人民共和国卫生部 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食 品 安 全 国 家 标 准
食 品 添 加 剂 过 氧 化 钙
GB 25573—2010

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字
2011年2月第一版 2011年2月第一次印刷
*
书号: 155066·1-41445 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

A.8.2.4.2 试样测定溶液的制备及测定

称取 10.0 g±0.1 g 试样置于 150 mL 烧杯中,加入 30 mL 水,加入 10 mL 盐酸,盖上表面皿加热使试样溶解,并沸腾 5 min。然后按 A.8.2.4.1 从“冷却,用氢氧化钠溶液调节溶液的 pH 为 1.0~1.5”至“测定溶液的吸光度”进行操作,测定相应吸光值。

A.8.2.5 结果判定

试样测定溶液的吸光度不得大于铅标准测定溶液的吸光度。

A.9 砷的测定

A.9.1 试剂和材料

A.9.1.1 硝酸溶液:1+1。

A.9.1.2 砷标准溶液:1 mL 溶液含有砷(As)0.001 mg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的砷标准溶液,置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

A.9.1.3 其他试剂同 GB/T 5009.76—2003 的第 9 章。

A.9.2 仪器和设备

同 GB/T 5009.76—2003 的第 10 章。

A.9.3 分析步骤

称取 1.00 g±0.01 g 试样,置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 水和 8 mL 硝酸溶液,加热至沸,微沸 5 min 使试样完全分解(不再有气泡产生)冷却后,全部转移至定砷瓶中。

限量标准溶液的配制:用移液管移取 3.00 mL 砷标准溶液,置于定砷瓶中,以下按 GB/T 5009.76—2003 中第 11 章的规定进行测定。

A.10 氟化物的测定

A.10.1 试剂和材料

A.10.1.1 盐酸溶液:1+4。

A.10.1.2 总离子强度缓冲液:将乙酸钠溶液与柠檬酸钠溶液等量混合,该溶液现用现配。

A.10.1.3 乙酸钠溶液: $c(\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O})=3 \text{ mol/L}$ 。

称取 204 g 乙酸钠溶于约 300 mL 水中,冷却,以 1 mol/L 乙酸调节 pH≈7.0,全部转移至 500 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

A.10.1.4 柠檬酸钠溶液: $c(\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=0.75 \text{ mol/L}$ 。

称取 110 g 柠檬酸钠,溶于约 300 mL 水中,加高氯酸 14 mL,全部转移至 500 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

A.10.1.5 氟化物标准溶液:1 mL 溶液含氟(F)0.010 mg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的氟化物标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。贮存于聚乙烯瓶中,该溶液现用现配。

A.8.1.1.2 其他试剂同 GB/T 5009.75—2003 的第 3 章。

A.8.1.2 仪器和设备

同 GB/T 5009.75—2003 的第 4 章。

A.8.1.3 分析步骤

称取 $2.50 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 水和 8 mL 硝酸溶液,加热至沸,微沸 5 min 使试样完全分解(不再有气泡产生)冷却后,置于分液漏斗中。

用移液管移取 1.00 mL 铅标准溶液,置于分液漏斗中,作为标准比对溶液,以下按 GB/T 5009.75—2003 第 6 章规定进行测定。

A.8.2 原子吸收分光光度法

A.8.2.1 方法提要

样品经溶解,其中铅经与吡咯烷二硫代氨基甲酸铵(APDC)络合、萃取等处理后,导入原子吸收分光光度计中,测量其原子化后在 283.3 nm 处的吸光度,与铅标准限量比较。

A.8.2.2 试剂和材料

A.8.2.2.1 盐酸。

A.8.2.2.2 三氯甲烷。

A.8.2.2.3 硝酸。

A.8.2.2.4 氢氧化钠溶液:250 g/L。

A.8.2.2.5 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵(APDC)溶液:2%。

称取 2 g 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵(APDC)溶于 100 mL 水中。如有不溶物,使用前过滤。

A.8.2.2.6 铅标准溶液:1 mL 溶液含铅(Pb)0.010 mg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的铅标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

A.8.2.2.7 精密 pH 试纸:pH0.5~5.0。

A.8.2.2.8 二级水:符合 GB/T 6682—2008。

A.8.2.3 仪器和设备

A.8.2.3.1 分液漏斗:250 mL。

A.8.2.3.2 原子吸收分光光度计。

A.8.2.4 测定步骤

A.8.2.4.1 铅标准测定溶液的制备及测定

准确移取 4.00 mL 铅标准溶液,加到 150 mL 烧杯中,加 30 mL 水、10 mL 盐酸,盖上表面皿加热至沸,并沸腾 5 min。冷却,用氢氧化钠溶液调节溶液的 pH 为 1.0~1.5(用精密 pH 试纸检验)。将溶液移入分液漏斗中,用水稀释至约 200 mL。加入 2 mL 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵(APDC)溶液,摇匀。用三氯甲烷萃取两次,每次加入 20 mL,将萃取液(即有机相)收集于 50 mL 烧杯中,在通风橱中用水浴加热蒸发至干。在残余物中加入 3 mL 硝酸,加热近干。加入 0.5 mL 硝酸和 10 mL 水,加热至剩余液体体积为 3 mL~5 mL,移入 10 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。选用空气-乙炔火焰,于 283.3 nm 波长处,用水调零,测定溶液的吸光度。

前 言

本标准的附录 A 为规范性附录。