

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.18—2003
代替 GB/T 5009.18—1996

GB/T 5009.18—2003

食品中氟的测定

Determination of fluorine in foods

中华人民共和国
国家标准
食品中氟的测定
GB/T 5009.18—2003

*

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.bzchs.com

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 14 千字

2004年8月第一版 2004年8月第一次印刷

*

书号:155066·1-21422 定价 10.00 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



GB/T 5009.18-2003

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

配制。

11.4 盐酸(1+11):同 7.2。

11.5 氟标准溶液:同 3.12。

11.6 氟标准使用液:吸取 10.0 mL 氟标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。如此反复稀释至此溶液每毫升相当于 1.0 μg 氟。

12 仪器

12.1 氟电极。

12.2 酸度计:±0.01pH(或离子计)。

12.3 磁力搅拌器。

12.4 甘汞电极。

13 分析步骤

13.1 称取 1.00 g 粉碎过 40 目筛的试样,置于 50 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸(1+11),密闭浸泡提取 1 h(不时轻轻摇动),应尽量避免试样粘于瓶壁上。提取后加 25 mL 总离子强度缓冲剂,加水至刻度,混匀,备用。

13.2 吸取 0、1.0、2.0、5.0、10.0 mL 氟标准使用液(相当 0、1.0、2.0、5.0、10.0 μg 氟),分别置于 50 mL 容量瓶中,于各容量瓶中分别加入 25 mL 总离子强度缓冲剂,10 mL 盐酸(1+11),加水至刻度,混匀,备用。

13.3 将氟电极和甘汞电极与测量仪器的负端与正端相联接。电极插入盛有水的 25 mL 塑料杯中,杯中放有套聚乙烯管的铁搅拌棒,在电磁搅拌中,读取平衡电位值,更换 2 次~3 次水后,待电位值平衡后,即可进行样液与标准液的电位测定。

13.4 以电极电位为纵坐标,氟离子浓度为横坐标,在半对数坐标纸上绘制标准曲线,根据试样电位值在曲线上求得含量。

13.5 结果计算:试样中氟的含量按式(4)进行计算。

$$X = \frac{A \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

X——试样中氟的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A——测定用样液中氟的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

m——试样质量,单位为克(g);

V——样液总体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留两位有效数字。

13.6 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 20%。

前 言

本标准代替 GB/T 5009.18—1996《食品中氟的测定方法》。

本标准与 GB/T 5009.18—1996 相比主要修改如下:

——修改了标准的中文名称,标准中文名称改为《食品中氟的测定》;

——按照 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第 4 部分:化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

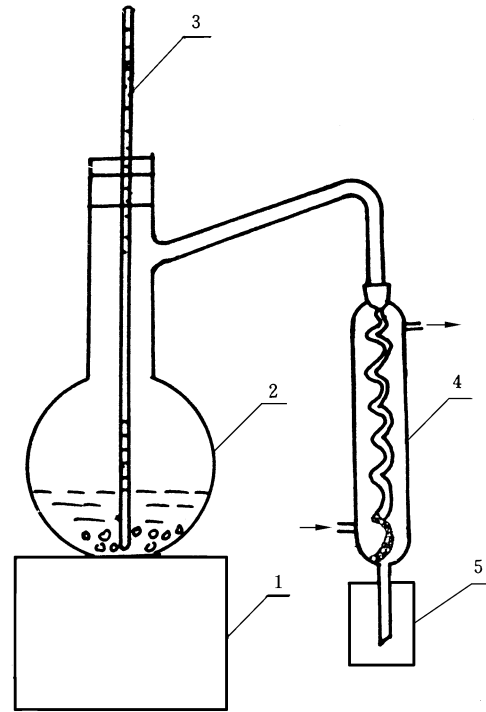
本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准第一法、第三法由中国预防医学科学院营养与食品卫生研究所、卫生部食品卫生监督检验所负责起草。

第二法由四川省绵阳地区卫生防疫站负责起草。

本标准于 1985 年首次发布,于 1996 年第一次修订,本次为第二次修订。

- 8.2 电炉:800 W。
8.3 酸度计。
8.4 马弗炉。
8.5 蒸馏装置:见图 1。



- 1—电炉;
2—蒸馏瓶;
3—温度计;
4—冷凝管;
5—小烧杯。

图 1 蒸馏装置图

- 8.6 可见分光光度计。

9 分析步骤

9.1 试样处理

- 9.1.1 粮食:同 5.1.1.1。
9.1.2 蔬菜:同 5.1.1.2。
9.1.3 鱼、肉类:取鲜肉绞碎,混合。鱼应先去骨,再捣碎混匀。
9.1.4 蛋类:去壳,将蛋白、蛋黄打匀。
9.1.5 豆制品:将试样捣碎、混匀。

9.2 灰化

称取混匀试样 5.00 g(以鲜重计),于 30 mL 坩埚内,加 5.0 mL 硝酸镁溶液(100 g/L)和 0.5 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L),使呈碱性,混匀后浸泡 0.5 h,置水浴上蒸干,再低温炭化,至完全不冒烟为止。移入马弗炉中,600℃灰化 6 h,取出,放冷。

9.3 蒸馏

- 9.3.1 于坩埚中加 10 mL 水,将数滴硫酸(2+1)慢慢加入坩埚中,防止溶液飞溅,中和至不产生气泡

食品中氟的测定

1 范围

本标准规定了粮食、蔬菜、水果、豆类及其制品、肉、鱼、蛋等食品中氟的测定方法。

本标准适用于食品中氟的测定。氟离子选择电极法不适用于脂肪含量高而又未经灰化的试样(如花生、肥肉等)。

本方法检出限:第一法为 0.10 mg/kg,第二法为 1.25 mg/kg。

第一法 扩散-氟试剂比色法

2 原理

食品中氟化物在扩散盒内与酸作用,产生氟化氢气体,经扩散被氢氧化钠吸收。氟离子与镧(Ⅲ)、氟试剂(茜素萘胺络合剂)在适宜 pH 下生成蓝色三元络合物,颜色随氟离子浓度的增大而加深,用或不用含胺类有机溶剂提取,与标准系列比较定量。

3 试剂

本方法所用水均为不含氟的去离子水,试剂为分析纯,全部试剂贮于聚乙烯塑料瓶中。

- 3.1 丙酮。
3.2 硫酸银-硫酸溶液(20 g/L):称取 2 g 硫酸银,溶于 100 mL 硫酸(3+1)中。
3.3 氢氧化钠-无水乙醇溶液(40 g/L):取 4 g 氢氧化钠,溶于无水乙醇并稀释至 100 mL。
3.4 乙酸溶液(1 mol/L):取 3 mL 冰乙酸,加水稀释至 50 mL。
3.5 茜素萘胺络合剂溶液:称取 0.19 g 茜素萘胺络合剂,加少量水及氢氧化钠溶液(40 g/L)使其溶解,加 0.125 g 乙酸钠,用乙酸溶液(3.4)调节 pH 为 5.0(红色),加水稀释至 500 mL,置冰箱内保存。
3.6 乙酸钠溶液(250 g/L)。
3.7 硝酸镧溶液:称取 0.22 g 硝酸镧,用少量乙酸溶液(3.4)溶解,加水至约 450 mL,用乙酸钠溶液(250 g/L)调节 pH 为 5.0,再加水稀释至 500 mL,置冰箱内保存。
3.8 缓冲液(pH4.7):称取 30 g 无水乙酸钠,溶于 400 mL 水中,加 22 mL 冰乙酸,再缓缓加冰乙酸调节 pH 为 4.7,然后加水稀释至 500 mL。
3.9 二乙基苯胺-异戊醇溶液(5+100):量取 25 mL 二乙基苯胺,溶于 500 mL 异戊醇中。
3.10 硝酸镁溶液(100 g/L)。
3.11 氢氧化钠溶液(40 g/L):称取 4 g 氢氧化钠,溶于水并稀释至 100 mL。
3.12 氟标准溶液:准确称取 0.221 0 g 经 95℃~105℃ 干燥 4 h 冷的氟化钠,溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,混匀。置冰箱中保存。此溶液每毫升相当于 1.0 mg 氟。
3.13 氟标准使用液:吸取 1.0 mL 氟标准溶液,置于 200 mL 容量瓶中,加水至刻度,混匀。此溶液每毫升相当于 5.0 μg 氟。
3.14 圆滤纸片:把滤纸剪成 ϕ 4.5 cm,浸于氢氧化钠(40 g/L)-无水乙醇溶液,于 100℃ 烘干、备用。

4 仪器

- 4.1 塑料扩散盒:内径 4.5 cm,深 2 cm,盖内壁顶部光滑,并带有凸起的圈(盛放氢氧化钠吸收液用),盖紧后不漏气。其他类型塑料盒亦可使用。