

ICS 67.040
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 21918—2008

GB/T 21918—2008

食品中硼酸的测定

Determination of boric acid in foods

中华人民共和国
国家标准
食品中硼酸的测定
GB/T 21918—2008

*

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 12 千字
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

*

书号: 155066·1-32371 定价 14.00 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 21918—2008

2008-05-16 发布

2008-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

附录 A
(资料性附录)
微波消解条件

表 A.1 微波消解条件

步骤	升温时间/min	升至温度/℃	保温时间/min
1	5	120	5
2	5	150	5
3	5	170	5
4	5	180	10

前 言

本标准的附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由全国食品安全应急标准化工作组提出并归口。

本标准第一法起草单位：上海市质量监督检验技术研究院。

本标准第二法起草单位：北京市海淀区产品质量监督检验所(国家食品质量安全监督检验中心)。

本标准第一法主要起草人：巢强国、周泽琳、葛宇、李勤、张燕琴、林琳。

本标准第二法主要起草人：林立、周谔非、杨彦丽、王朝晖、曹红。

- 10.2 超纯水制备系统。
 10.3 样品粉碎装置。
 10.4 微波消解系统。
 10.5 电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-AES)和电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)。
 所用容器全部经 20% 的硝酸浸泡过夜。

11 分析步骤

11.1 样品的制备

微量元素的分析试样制备过程中应特别注意防止各种污染。所用设备如电磨、绞肉机、匀浆机、粉碎机等须为不锈钢制品。该实验过程中尽量避免使用玻璃器皿(以避免玻璃器皿中硼元素对样品的污染)。固体样品应采用粉碎机、匀浆机等设备进行粉碎、混匀,液体样品可均匀取样。

11.2 样品的消解

11.2.1 微波消解

准确称取制备均匀的固体样品 0.500 g~1.000 g(液体样品 1.000 g~2.000 g)于微波消解罐中,加入 3 mL 浓硝酸(9.1)和 2 mL 30% 过氧化氢(9.5)。设定合适的微波消解条件(参见附录 A)进行消解。消解完毕后,用水少量多次洗入 50 mL 塑料容量瓶中,准确加入 0.5 mL 钇标准储备液(9.7)作为内标,用水定容至刻度,混匀备用。同时做试剂空白。

注:含油脂较多的样品可以适当减小称样量。

11.2.2 湿法消化

准确称取制备均匀的固体样品 1.000 g(液体样品 5.000 g)于 50 mL 或 100 mL 石英烧杯中,加入 10 mL 的混合酸(9.4),盖上表面皿,静置过夜。次日,置于电热板上加热消化至冒白烟,再加入约 2 mL 水,继续加热赶酸,直至烧杯中残留约 0.5 mL 液体时,取下冷至室温。用水少量多次洗入 50 mL 塑料容量瓶中,准确加入 0.5 mL 钇标准储备液(9.7)作为内标,用水定容至刻度,混匀备用。同时做试剂空白。

注 1:使用 ICP-MS 检测样品时,可不添加钇标准溶液。

注 2:含量较高的样品应当适当稀释。

11.3 测定

11.3.1 分别将系列标准溶液导入调至最佳条件(参见附录 B)的仪器雾化系统中进行测定。以硼元素的浓度为横坐标,以硼元素和内标元素的强度比为纵坐标绘制标准曲线或计算回归方程。

11.3.2 分别将处理后的样品溶液、试剂空白液导入调至最佳条件的仪器雾化系统中进行测定。将硼元素和内标元素的强度比值与工作曲线比较或代入方程式求出含量。

注:由于检测过程中硼的记忆效应很强,检测前应彻底清洗进样和雾化系统。

12 计算

食品中硼酸(或硼砂)的含量按式(2)进行计算:

$$X = \frac{(c_1 - c_2) \times V}{m} \times F \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X——试样中硼酸(或硼砂)的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c₁——测定用试样液中硼元素的含量,单位为毫克每升(mg/L);

c₂——试剂空白液中硼元素的含量,单位为毫克每升(mg/L);

V——试样处理液的总体积,单位为毫升(mL);

m——试样质量,单位为克(g);

食品中硼酸的测定

1 范围

本标准规定了食品中硼酸的测定方法。

本标准适用于水产品、肉制品(如肉丸、鱼丸)、豆类、面食类、腐竹、粽子、糕点、酱油等食品中硼酸的测定。

本标准的检出限为:第一法乙基己二醇-三氯甲烷萃取姜黄比色法为 2.50 mg/kg;第二法电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP-AES)法为 1.00 mg/kg,电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法为 0.20 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

第一法 乙基己二醇-三氯甲烷萃取姜黄比色法

3 原理

通过乙基己二醇-三氯甲烷溶液对样品中的硼酸进行快速的富集、萃取,除去共存盐类的影响,利用浓硫酸与姜黄混合生成的质子化姜黄与硼酸反应生成红色产物。溶液颜色的深浅与样品中硼酸含量成正比,通过比色可以测定样品中硼酸的含量。在酸性条件下硼砂以硼酸形式存在,所以该方法也可以反映食品中添加硼砂的含量。

4 试剂

所用试剂均为分析纯,水为蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 浓硫酸。

4.2 硫酸(1+1)溶液。

4.3 无水乙醇。

4.4 亚铁氰化钾溶液:称取 106.0 g 亚铁氰化钾[K₄Fe(CN)₆·3H₂O],用水溶解,并稀释至 1 000 mL。

4.5 乙酸锌溶液:称取 220.0 g 乙酸锌[Zn(CH₃COO)₂·2H₂O],加 30 mL 冰乙酸溶于水,并稀释至 1 000 mL。

4.6 姜黄-冰乙酸溶液:称取姜黄色素 0.10 g 溶于 100 mL 冰乙酸中,此溶液保存于塑料容器中。

4.7 乙基己二醇-三氯甲烷溶液(EHD-CHCl₃):取 2-乙基-1,3-己二醇 10 mL,加三氯甲烷(CHCl₃)稀释至 100 mL,此溶液保存于塑料容器中。

4.8 硼酸标准储备液:准确称取在硫酸干燥器中干燥 5 h 后的硼酸 0.500 0 g,溶于水并定容至 1 000 mL,保存于塑料容器中。此硼酸标准储备液的浓度为 500 μg/mL。

4.9 硼酸标准溶液:取硼酸标准储备液 10.00 mL,加水定容至 1 000 mL,此液保存于塑料容器中。此硼酸标准使用溶液的浓度为 5 μg/mL。所配制溶液于 0℃~4℃ 冰箱中可储存 3 个月。