

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

食品中氟的测定

Determination of fluorine in foods

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会

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。

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(茜素氨羧络合剂)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 茜素氨羧络合剂溶液:称取 0.19 g 茜素氨羧络合剂,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。