

中华人民共和国轻工行业标准

食品添加剂 三聚磷酸钠 氟化物含量的测定

QB 1035.3—91

1 主题内容与适用范围

本标准规定了食品添加剂三聚磷酸钠中氟化物含量的测定方法。

本标准适用于氟化物含量(以氟计)5~50mg/kg 的产品。

2 原理

将试样溶解于盐酸溶液中,加入离子强度调节缓冲溶液,用氢氧化钠或盐酸溶液调节 pH 至 5.5±0.1,用氟离子选择电极直接电位法测定溶液中解离的氟离子,由校准曲线查得氟化物的浓度。

3 试剂

分析中应使用去离子水,其电导率应小于 $2 \times 10^{-7} \text{S/cm}$;使用的试剂应为分析纯以上,配制的试剂溶液,用氟离子选择电极测试,其氟含量应低于校准曲线的最低点。去离子水和试剂溶液应贮存于聚乙烯塑料瓶中。

3.1 盐酸(GB 622), $c(\text{HCl})=1\text{mol/L}$ 溶液。

3.2 柠檬酸钠(HG 3—1298), $c(\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=1\text{mol/L}$ 溶液。

3.3 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)(GB 1401), $c(\text{EDTA})=0.2\text{mol/L}$ 溶液。

3.4 氟化钠(GB 1264),优级纯,含氟 $5\mu\text{g/mL}$ 标准溶液。

称取 2.210 0g 预先在 110℃干燥 2h 的氟化钠于 400mL 烧杯中,加入 200mL 水,搅拌使其溶解。用水定量转移至 1 000mL 容量瓶中,并稀释至刻度,混匀。将此溶液转移至洁净干燥的塑料瓶中贮存。此溶液含氟 1mg/mL 。

使用前吸取上述溶液 5.0mL 至 1 000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液含氟 $5\mu\text{g/mL}$ 。

4 仪器

4.1 电位计,精度 $2\text{mV}/1\,000\text{mV}$,测量范围 $0 \pm 1\,500\text{mV}$ 。

4.2 氟离子选择性电极。

4.3 单液接甘汞电极,232 型或相当的电极。

4.4 玻璃电极,231 型或相当的电极。

4.5 精密酸度计,分度 0.02pH 单位,如 PHS-2 型或相当的仪器。

4.6 聚四氟乙烯塑料杯,125mL,250mL。

所用玻璃仪器应为用含氟低的硬质玻璃或 95 玻璃制作的。

5 试验程序

5.1 校准曲线的绘制

中华人民共和国轻工业部 1991-03-30 批准

1991-12-01 实施

分别吸取 1.0, 2.0, 3.0, 5.0, 10.0mL 氟化钠标准溶液(3.4)至五个 250mL 塑料杯(4.6)中(每杯中分别含氟 5, 10, 15, 25, 50 μ g), 向各杯依次加入 50mL 水, 5mL 盐酸(3.1), 10mL 柠檬酸钠溶液(3.2)和 10mL EDTA 溶液(3.3), 混合。将各杯中溶液分别定量转移至 100mL 容量瓶中, 用水分次冲洗塑料杯, 并转移至容量瓶使至刻度, 混匀。此溶液的 pH 值应为 5.5 ± 0.1 [用酸度计(4.5)测量之]。

按仪器使用说明书准备好仪器。

取上述溶液各 50mL 至 125mL 塑料杯(4.6)中, 以氟离子选择性电极为响应电极, 单液接甘汞电极为参比电极, 按氟浓度由低到高的顺序测定各溶液的电极电位值。在半对数坐标纸上, 以对数坐标定浓度(μ gF/100mL), 十进坐标定电位值, 绘制电位/浓度对数($E/\log c$)校准曲线。

5.2 测定

称取 1.00g 试样至 150mL 玻璃烧杯内, 加入 10mL 水, 在连续搅拌下, 慢慢地加入 20mL 盐酸(3.1)溶解样品。迅速煮沸 1min, 用冰水迅速冷却至室温。依次加入 15mL 柠檬酸钠溶液(3.2)和 10mL EDTA 溶液(3.3), 混合。必要时用盐酸(3.1)或氢氧化钠溶液(1mol/L)调节 pH 至 5.5 ± 0.1 。然后, 用水定量转移溶液至 100mL 容量瓶中, 并稀释至刻度, 混匀。

取此溶液 50mL 至 125mL 塑料杯(4.6)中, 按 5.1 测得试验溶液的电位值。从校准曲线上查得样品的含氟量, 以微克氟计。

6 试验结果表示

样品中的氟化物含量以毫克氟每千克(mgF/kg)表示。

取两个平行测定值的平均值作为结果。平行测定结果之差应不大于 3mg/kg。

附加说明:

本标准由轻工业部质量标准司提出。

本标准由全国表面活性剂洗涤用品标准化中心和卫生部食品卫生监督检验所技术归口。

本标准由轻工业部日用化学工业科学研究所负责起草。

本标准主要起草人王淑英。

本标准参照采用《美国食品化学用品法典》(FCC), 1981 年版, 氟化物极限试验方法 B。