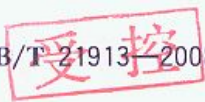




中华人民共和国国家标准

GB/T 21913-2008



食品中滑石粉的测定

Determination of talc in foods

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

前 言

本标准由全国食品安全应急标准化工作组提出并归口。

本标准起草单位：吉林省产品质量监督检验院。

本标准主要起草人：刘俊会、李界一、郭继光、华蕾、李刚、王洋、李滢倩、李春阳。

食品中滑石粉的测定

1 范围

本标准规定了食品中滑石粉的测定方法。

本标准适用于食品中滑石粉的测定。

本标准的检出限为 0.15 g/100 g。

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)

3 原理

滑石粉主要成分是天然的水合硅酸镁($3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$),不溶于混合酸(硝酸+高氯酸),可与氢氟酸反应生成溶于水的镁盐。试样用混合酸消化、过滤,将其他含镁物质分离除去;然后用混合酸和氢氟酸消化滑石粉,火焰原子吸收光谱法测定试液中的镁含量。根据镁含量,计算试样中滑石粉含量。

4 试剂

以下试剂除特别注明外,均为分析纯试剂。试验用水符合 GB/T 6682 规定的一级水要求。

- 4.1 氯化铯(优级纯)。
- 4.2 硝酸。
- 4.3 高氯酸。
- 4.4 氢氟酸。
- 4.5 盐酸。
- 4.6 混合酸:硝酸+高氯酸(4+1)。
- 4.7 氯化铯溶液(15 g/L):称取氯化铯 15 g,加入盐酸(4.5)45 mL,用水稀释、定容至 1 000 mL。
- 4.8 镁标准储备液:准确称取金属镁(纯度大于 99.99%)1.000 0 g 或 1.658 0 g 氧化镁(纯度大于 99.99%),加盐酸(4.5)45 mL 溶解,用水稀释、定容至 1 000 mL。贮存于聚乙烯瓶内,4℃ 保存。此溶液每毫升相当于 1 mg 镁。
- 4.9 镁标准使用液:准确吸取镁标准储备液(4.8)10 mL,用氯化铯溶液(4.7)稀释、定容至 100 mL,此溶液每毫升相当于 0.1 mg 镁。

5 仪器和材料

- 5.1 火焰原子吸收分光光度计(配镁空心阴极灯)。
- 5.2 可调式电热板。
- 5.3 聚四氟乙烯塑料坩埚(250 mL,带盖)。
- 5.4 定量滤纸(快速)。

6 分析步骤

6.1 试样处理

准确称取均匀试样 0.50 g~1.50 g,放入聚四氟乙烯塑料坩埚中,加入 15 mL 混合酸(4.6),盖上盖,置于电热板上加热,消化 1 h~2 h,至消化液无色透明为止。如果试样未消化好而酸液过少时,适当补加几毫升混合酸后继续加热消化。将坩埚取下,冷却至室温。用少量蒸馏水多次冲洗坩埚将坩埚的固体残渣完全转移到定量滤纸上,过滤,用蒸馏水冲洗 4 次,每次用水约 50 mL,要注意将滤纸边缘残留的液体冲洗干净。将滤纸及纸上的固体共同置于聚四氟乙烯塑料坩埚中,加入 10 mL 混合酸(4.6)和 3 mL 氢氟酸(4.4),置于电热板上缓慢加热消化 1 h~2 h,直至无色透明为止。如果未消化好而酸液过少时,适当补加几毫升混合酸后继续加热消化。待坩埚中的液体接近干时,取下冷却。用氯化锶溶液(4.7)将消化液转移至 100 mL 容量瓶中,用氯化锶溶液(4.7)定容。氯化锶溶液(4.7)适当稀释后上机测定,滑石粉含量 1%左右的试样一般稀释 10 倍。

6.2 空白试验

称取与试样处理相同的试样量,按照与试样处理(6.1)相同的操作步骤进行空白试验,只是在将消化滤纸及纸上固体共同置于聚四氟乙烯塑料坩埚中时只加混合酸,不加氢氟酸。空白试验的定容体积和稀释倍数要与试样处理相同。

6.3 镁标准系列溶液的配制

分别吸取 0,0.50,1.0,2.0,3.0,4.0,5.0 mL 镁标准使用液(4.9)于 100 mL 容量瓶中,用氯化锶溶液(4.7)稀释定容,配制成 0,0.50,1.0,2.0,3.0,4.0,5.0 mg/L 的标准系列溶液。

6.4 测定

仪器参考条件:波长 285.2 nm,仪器狭缝、空气及乙炔的流量、灯头高度、元素灯电流等仪器参考条件根据仪器的使用说明要求进行调节。适当调节燃烧器角度,使仪器测量线性范围的上限超过 5.0 mg/L。将上机测定用试样液、空白液和镁标准系列溶液分别导入火焰进行测定。

7 结果计算

试样中滑石粉的含量按式(1)计算:

$$X = \frac{(c_1 - c_0) \times V_1 \times f_1 \times 5.27}{m_1 \times 1\,000 \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X ——试样中滑石粉的含量,单位为克每百克(g/100 g);

c_1 ——测定用试样液中镁的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

c_0 ——测定用空白液中镁的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V_1 ——试样消化液定容体积,单位为毫升(mL);

f_1 ——试样消化液稀释倍数;

5.27——镁换算为滑石粉($3\text{MgO} \cdot 4\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$,相对分子质量 379.3)的系数;

m_1 ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

8 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 10%。