



中华人民共和国国家标准

GB/T 21912—2008

食品中二氧化钛的测定

Determination of titanium dioxide 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

食品中 前 言 的测定

本标准的附录 A 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。
本标准起草单位：国家加工食品质量监督检验中心(广州)、广州市产品质量监督检验所。
本标准主要起草人：吴玉璠、郭新东、罗海英、侯向昶、叶嘉荣、温力力、吴岳德。

本标准规定了电感耦合等离子体原子发射光谱法为 1 mg/kg，电感耦合等离子体原子吸收光谱法为 5 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，鼓励使用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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602—2002, ISO 6353-1:1982, Reagents for chemical analysis—Part 1: General test methods, ISO)

GB/T 5583 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 5583—2002, eqv ISO 3694, 1997)

3. 第一法：电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)

3.1 原理

试样经酸消解后，用电感耦合等离子体原子发射光谱仪进行分析，其发射谱线经法定量。

3.2 试剂

如无特别说明，所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 5583 规定的一级水。

- 4.1 高氯酸。
- 4.2 浓硝酸，优级纯， $\rho_{20}=1.42\text{ g/mL}$ 。
- 4.3 浓硝酸，优级纯， $\rho_{20}=1.42\text{ g/mL}$ 。
- 4.4 浓硫酸。
- 4.5 5% 硝酸(体积分数)，取 5 mL 浓硝酸(4.2)，缓慢加入 95 mL 水中，混匀。
- 4.6 混合酸，硝酸+高氯酸(2+1)，取 1 mL 浓硝酸(4.2)和 1 mL 浓硫酸(4.4)，混匀。
- 4.7 钼标准储备液(1 mg/mL)，由国家认可的试剂供应商提供，或按 GB/T 602 中方法配制。
- 4.8 钼标准使用液(10 $\mu\text{g/mL}$)：准确吸取 1 mL 钼标准储备液(4.7)于 100 mL 容量瓶中，用 5% 硝酸(4.5)稀释至刻度。

5. 仪器和设备

其他主要仪器设备见以下仪器。

- 5.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。
- 5.2 微波消解仪。
- 5.3 分析天平，感量为 0.1 mg。

20000000

目 次

前言 I

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

第一法 电感耦合等离子体-原子发射光谱法(ICP-AES) 1

3 原理 1

4 试剂 1

5 仪器和设备 1

6 分析步骤 2

7 分析结果的表述 2

8 精密度 3

第二法 二安替比林甲烷比色法 3

9 原理 3

10 试剂 3

11 仪器和设备 3

12 分析步骤 3

13 分析结果的表述 4

14 精密度 5

附录 A (资料性附录) 微波消解和 ICP-AES 仪器参考工作条件 6

食品中二氧化钛的测定

1 范围

本标准规定了食品中二氧化钛的测定方法。

本标准适用于面粉、糖果包衣、凉果、果冻、膨化食品、油炸食品、非碳酸饮料混浊剂、固体饮料和口香糖等食品中二氧化钛的检测。

本标准检出限：电感耦合等离子体-原子发射光谱法为 1 mg/kg，二安替比林甲烷比色法为 5 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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备（GB/T 602—2002，ISO 6353-1:1982，Reagents for chemical analysis—Part 1:General test methods, NEQ）

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 电感耦合等离子体-原子发射光谱法（ICP-AES）

3 原理

试样经酸消解后，用电感耦合等离子体-原子发射光谱仪进行分析，采用标准曲线法定量。

4 试剂

如无特别说明，所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 高氯酸。

4.2 浓硫酸：优级纯， $\rho_{20} \approx 1.84$ g/mL。

4.3 浓硝酸：优级纯， $\rho_{20} \approx 1.42$ g/mL。

4.4 硫酸铵。

4.5 5% 硫酸（体积分数）：量取 5 mL 浓硫酸（4.2），缓慢加至 95 mL 水中，混匀。

4.6 混合酸：硝酸+高氯酸（9+1）。取 1 份高氯酸（4.1）和 9 份浓硝酸（4.3），混匀。

4.7 钛标准贮备液（1 mg/mL）：由国家认可的标准物质销售单位提供，或按 GB/T 602 中方法配制。

4.8 钛标准使用液（10 μ g/mL）：准确吸取 1 mL 钛标准贮备液（4.7）于 100 mL 容量瓶中，用 5% 硫酸（4.5）稀释至刻度。

5 仪器和设备

实验室常规仪器及以下仪器。

5.1 电感耦合等离子体-原子发射光谱仪。

5.2 微波消解仪。

5.3 分析天平：感量为 0.1 mg。

6 分析步骤

6.1 试样处理

可根据实验室条件选用以下方法中的一种进行消解。

6.1.1 普通湿法消解

称取试样约 5 g(精确至 0.001 g)于锥形瓶或高型烧杯中,放数粒玻璃珠,加入 5 mL~10 mL 混合酸(4.6),盖上表面皿,在电炉上缓慢消解,至溶液澄清,继续加热至溶液剩余约 2 mL~3 mL,冷却。加入 1 g 硫酸铵(4.4)和 5 mL 浓硫酸(4.2),煮沸至澄清,继续煮至高氯酸白烟被赶尽。取下冷却,转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,备用。

按上述操作进行试剂空白试验。

注:在消解过程中若出现碳化后的黑色,在盖着表面皿的情况下小心滴加浓硝酸,直至溶液澄清为止。

6.1.2 微波消解

称取 0.5 g~1 g(精确至 0.000 1 g)试样于微波消解罐内,加入 2.5 mL 浓硝酸(4.3)和 2.5 mL 浓硫酸(4.2)。设定合适的微波消解条件进行消解。消解结束后,消解罐自然冷却至室温。将消解液转移入 50 mL 容量瓶,用水少量多次洗涤消解罐,洗液合并于容量瓶中,用水定容至刻度,混匀。

按上述操作进行试剂空白试验。

注:温控式微波消解程序可参考附录 A。

6.2 标准工作液系列的配制

准确移取 0,0.5,5,10,20 mL 钛标准使用液(4.8),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,用 5%硫酸(4.5)稀释至刻度,配制成浓度为 0,0.05,0.5,1,2 $\mu\text{g/mL}$ 的钛标准工作液系列。

6.3 标准曲线的绘制

将电感耦合等离子体-原子发射光谱仪调至最佳条件,测定钛标准工作液的发射光强度。

以钛浓度为横坐标、发射光强度为纵坐标绘制标准曲线。

注:电感耦合等离子体-原子发射光谱仪工作条件可参考附录 A。

6.4 测定

将电感耦合等离子体-原子发射光谱仪调至最佳条件,测定试样溶液(6.1)和空白溶液(6.1)的发射光强度。若试样溶液中钛的浓度过高,可进行适当稀释。

7 分析结果的表述

7.1 试样溶液中钛的浓度

由标准曲线(6.3)和试样溶液的发射光强度(6.4)求得试样溶液中钛的浓度。

7.2 空白溶液中钛的浓度

由标准曲线(6.3)和空白溶液的发射光强度(6.4)求得空白溶液中钛的浓度。

7.3 计算

按式(1)计算试样中二氧化钛的含量:

$$X = \frac{(c_1 - c_0) \times V \times f \times 1\,000}{m \times 1\,000} \times 1.668\,1 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X——试样中二氧化钛的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c_1 ——由标准曲线得到的试样溶液(6.1)中钛的浓度(7.1),单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- c_0 ——由标准曲线得到的空白溶液(6.1)中钛的浓度(7.2),单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V——试样溶液(6.1)的定容体积,单位为毫升(mL);
- f——试样溶液的稀释倍数;

m ——试样质量,单位为克(g);

1.668 1——1 g 的钛相当于 1.668 1 g 二氧化钛。

计算结果保留至小数点后两位。

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%。

第二法 二安替比林甲烷比色法

9 原理

试样经酸消解后,在强酸性介质中钛与二安替比林甲烷形成黄色络合物,于分光光度计波长 420 nm 处测量其吸光度,采用标准曲线法定量。

加入抗坏血酸消除三价铁的干扰。

10 试剂

如无特别说明,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

10.1 高氯酸。

10.2 浓硫酸: $\rho_{20} \approx 1.84$ g/mL。

10.3 浓硝酸: $\rho_{20} \approx 1.42$ g/mL。

10.4 浓盐酸: $\rho_{20} \approx 1.19$ g/mL。

10.5 硫酸铵。

10.6 混合酸:硝酸+高氯酸(9+1)。取 1 份高氯酸(10.1)和 9 份浓硝酸(10.3),混匀。

10.7 盐酸(1+1):量取 100 mL 浓盐酸(10.4),与 100 mL 水混匀。

10.8 盐酸(1+23):量取 10 mL 浓盐酸(10.4),与 230 mL 水混匀。

10.9 2% 硫酸(体积分数):量取 2 mL 浓硫酸(10.2),缓慢加入 98 mL 水中,混匀。

10.10 抗坏血酸溶液(2%):称取 2 g 抗坏血酸,用水溶解并稀释至 100 mL,现配现用。

10.11 二安替比林甲烷溶液(5%):称取 5 g 二安替比林甲烷,用(1+23)盐酸(10.8)溶解并稀释至 100 mL。

10.12 钛标准贮备液(1 mg/mL):由国家认可的标准物质销售单位提供,或按 GB/T 602 中方法配制。

10.13 钛标准使用液(10 μ g/mL):准确吸取 1 mL 钛标准贮备液(10.12)于 100 mL 容量瓶中,用 2% 硫酸(10.9)稀释至刻度。

11 仪器和设备

实验室常规仪器及以下仪器。

11.1 分光光度计。

11.2 微波消解仪。

11.3 分析天平:感量为 0.1 mg。

12 分析步骤

12.1 试样消解

可根据实验室条件选用以下方法中的一种进行消解。

12.1.1 普通湿法消解

称取试样约 5 g(精确至 0.001 g)于锥形瓶或高型烧杯中,放数粒玻璃珠,加入 5 mL~10 mL 混合酸(10.6),盖上表面皿,在电炉上缓慢消解,至溶液澄清,继续加热至溶液剩余约 2 mL~3 mL,冷却。加入 1 g 硫酸铵(10.5)和 5 mL 浓硫酸(10.2),煮沸至澄清,继续煮至高氯酸白烟被赶尽。取下冷却,转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,备用。

按上述操作进行试剂空白试验。
注:在消解过程中若出现碳化后的黑色,在盖着表面皿的情况下小心滴加浓硝酸,直至溶液澄清为止。

12.1.2 微波消解

称取 0.5 g~1 g(精确至 0.000 1 g)试样于微波消解罐内,加入 2.5 mL 浓硝酸(10.3)和 2.5 mL 浓硫酸(10.2)。设定合适的微波消解条件进行消解。消解结束后,消解罐自然冷却至室温。将消解液转移入 50 mL 容量瓶,用水少量多次洗涤消解罐,洗液合并于容量瓶中,用水定容至刻度,混匀。

按上述操作进行试剂空白试验。
注:温控式微波消解程序可参考附录 A。

12.2 显色

移取适量定容后的溶液(12.1)于 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 2% 抗坏血酸溶液(10.10),摇匀,再依次加入 14 mL (1+1)盐酸(10.7)、6 mL 5% 二安替比林甲烷溶液(10.11),用水稀释至刻度,摇匀,放置 40 min,待测。

注:溶液移取体积根据试样中钛元素的含量及标准曲线的线性范围而定。

12.3 标准工作液系列的配制

准确移取 0,0.5,2.5,5,10 mL 二氧化钛标准使用液(10.13),分别置于一组 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 2% 抗坏血酸溶液(10.10),摇匀,再依次加入 14 mL (1+1)盐酸(10.7)、6 mL 5% 二安替比林甲烷溶液(10.11),用水稀释至刻度,摇匀,放置 40 min,待测。

此标准工作液系列中二氧化钛的浓度依次为 0,0.1,0.5,1,2 μg/mL。

12.4 比色

以显色后的空白溶液(12.2)为参比,用 1 cm 比色皿,于波长 420 nm 处,用分光光度计测量显色后的标准工作液(12.3)和试样溶液(12.2)的吸光度。

12.5 标准曲线的绘制

以标准工作液(12.3)的浓度为横坐标、相应的吸光度(12.4)为纵坐标,绘制标准曲线。

13 分析结果的表述

13.1 试样溶液中二氧化钛的浓度

由标准曲线(12.5)和试样溶液的吸光度(12.4)求得试样溶液中二氧化钛的浓度。

13.2 计算

按式(2)计算试样中二氧化钛的含量:

$$X = \frac{c \times V_1 \times 50 \times 1\,000}{m \times V_2 \times 1\,000} \times 1.668\,1 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- X——试样中二氧化钛的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c——由标准曲线得到的显色后试样溶液(12.2)中钛的浓度(13.1),单位为微克每毫升(μg/mL);
- V₁——试样消解后初次定容的体积(12.1),单位为毫升(mL);
- 50——显色后试样溶液的定容体积(12.2),单位为毫升(mL);
- m——试样质量,单位为克(g);

V_2 ——显色时移取试样溶液(12.1)的体积(12.2),单位为毫升(mL);

1.668 1——1 g 的钛相当于 1.668 1 g 二氧化钛。

计算结果保留至小数点后两位。

14 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%。

附录 A
(资料性附录)

微波消解和 ICP-AES 仪器参考工作条件

A.1 温控式微波消解参考工作条件

升温程序：用 5 min 由室温升到 120℃，于 120℃ 保持 3 min；用 8 min 由 120℃ 升到 220℃，于 220℃ 保持 20 min 不变。

A.2 ICP-AES 仪器参考条件

A.2.1 钛分析谱线波长：336.122 nm，或 334.941 nm，或 337.280 nm。

A.2.2 频率：40.6 MHz。

A.2.3 射频功率：1.1 kW。

A.2.4 等离子气流量：20 L/min。

A.2.5 雾化气压力：206 820 Pa(30 psi)。

A.2.6 辅助气流量：0.3 L/min。

A.2.7 提升速率：1.0 mL/min。

A.2.8 提升时间：30 s。

A.2.9 观测高度(水平方向)：8 mm。

A.2.10 积分时间：30 s。

A.2.11 测量次数：2 次。

GB/T 21912—2008

附录 A
(资料性附录)

实验室用 ICP-AES 仪器参考工作条件

A.1 电感耦合等离子体参考工作条件

升液程序：用 5 min 由室温升到 120℃，升 120℃ 保持 3 min，然后由 120℃ 升到 220℃，保持 20 min 不变。

A.2 ICP-AES 仪器参考条件

A.2.1 载分析液流速：130、150 nm，或 334、341 nm，或 337、350 nm。

A.2.2 载液：10.4 MPa。

A.2.3 载液流速：2.1 L/min。

A.2.4 载液流速：20 L/min。

A.2.5 载液压力：200 620 Pa (30 psi)。

A.2.6 载液流量：0.3 L/min。

A.2.7 载液流速：1.0 ml/min。

A.2.8 载液时间：20 s。

A.2.9 载液高度（水平方向）：8 mm。

A.2.10 载液时间：20 s。

A.2.11 载液流速：2 次。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

食品中二氧化钛的测定

GB/T 21912—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 13 千字

2008 年 8 月第一版 2008 年 8 月第一次印刷

*

书号：155066·1-32368 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 21912—2008