

## 1 主题内容与适用范围

本标准规定了使用比色检测技术检验硼酸的方法及抽样、制样方法。

本标准适用于出口水产品中硼酸含量的检验。

## 2 抽样和制样

### 2.1 检验批

以不超过10 000箱为一检验批。同一检验批的商品应具有相同的特征，如：包装、标记、产地、规格和等级等。

### 2.2 抽样数量

批 量 (箱)		最低抽样数 (箱)
冷冻品	活品、盐藏品	
150及以下	90及以下	3
151~3200	91~500	3
3201~10000	501~1200	13
	1201~10000	20

### 2.3 抽样方法

按2.2规定的抽样箱数随机抽取，逐件开启。每箱至少取500g作为原始样品，原始样品总量不得少于2kg。加封后，标明标记，及时送实验室。

### 2.4 试样制备

将抽取的样品去鳞、去骨后，将所有可食部分充分搅碎和混匀，然后用四分法缩分出500g，装入洁净容器内，作为试样。密封，标明标记。

### 2.5 试样保存

将试样于-18℃冷冻保存。

注：在抽样和制样的过程中必须防止样品受到污染或发生任何变化。

## 3 测定方法

### 3.1 方法提要

样品用碳酸钠使呈碱性，灰化后用盐酸调呈酸性，过滤、定容。取样液于塑料杯内，加酚酞指示剂及碳酸钠溶液至呈红色。同样做硼酸标准系列、空白，置于水浴上蒸干。加盐酸溶解，加草酸、丙酮、姜黄素溶液，在55℃水浴上保温，用丙酮溶解，比色定量。

### 3.2 试剂和材料

3.2.1 硼酸标准储备液：硼酸经硫酸干燥器干燥5h后取出，称取0.500g硼酸于烧杯中，加水溶解后移入1 000mL容量瓶中，定容至刻度。此溶液每毫升相当于500 μg硼酸。

3.2.2 硼酸标准工作液：移取1 mL储备液至500mL容量瓶中，用水定容。此溶液每毫升相当于1 μg硼酸。

3.2.3 姜黄素溶液：称取0.10g姜黄素溶于400mL 95%乙醇中，过滤备用。

3.2.4 草酸—丙酮溶液：称取50g草酸溶解于500mL丙酮中过滤备用。

3.2.5 碳酸钠溶液：1%碳酸钠水溶液。

3.2.6 盐酸溶液：(1+9)、(1+4)水溶液。

### 3.3 仪器和设备

3.3.1 分光光度计。

3.3.2 铂金坩埚。

3.3.3 250mL容量塑料烧杯。

3.3.4 高速捣碎机。

### 3.4 测定步骤

#### 3.4.1 样品处理

称取捣碎样品5 g于铂坩埚中，加入5 mL 1%碳酸钠溶液，使样品呈碱性，在水浴上蒸干后移至500℃高温炉内灰化，灰化后取出冷却，滴加盐酸溶液(1+9)使其呈酸性，待灰分溶解后，加水约10mL，混匀，过滤于50mL容量瓶中。洗净坩埚和滤纸上残渣，洗液并于容量瓶中，用水定容，摇匀备用。

#### 3.4.2 测定

吸取1或5mL样液(根据样品含硼酸量确定样液量)，于塑料杯内加1%酚酞指示剂1滴，再加1%碳酸钠溶液至呈红色，再多加5滴。

吸取标准工作液0.00，1.00，3.00，5.00，7.00mL分别置于塑料杯中，各加1%酚酞指示剂1滴，再加1%碳酸钠溶液至呈红色，再多加5滴。

将样品溶液、样品空白和硼酸标准系列溶液置于水浴上蒸干，冷却后加入1mL盐酸溶液(1+4)溶解。再加入5mL草酸—丙酮溶液、2mL姜黄素溶液，摇匀。在55±1℃温水浴上保温2h(一定要塑料杯置于水平位置)，取下冷却，再加入20mL丙酮溶解并过滤于50mL容量瓶内。用丙酮洗净塑料杯和滤纸上的残渣，洗液并于50mL容量瓶内，用丙酮定容、摇匀。然后在分光光度计540nm处用1cm比色槽以样品空白为零管，调节零点，测定样品溶液吸光度。以试剂空白为零管，调节零点，测定标准系列溶液吸光度，绘制标准曲线。从标准曲线上查得样品硼酸含量。

#### 3.4.3 结果的计算：

$$\bar{X} = \frac{C \times 1000}{m \times \frac{V_2}{V_1} \times 1000}$$

式中：X—样品中硼酸的含量，mg/kg；

C—测定用样品液中硼酸含量，μg；

V<sub>1</sub>—样品液的总体积，mL；

V<sub>2</sub>—测定用样品液体积，mL；

m—样品量，g。

## 4 测定低限、回收率

### 4.1 测定低限

本方法的测定低限是0.01mg/kg。

### 4.2 回收率

回收率实验数据为90%~113%。

### 附加说明：

本标准由中华人民共和国商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国山东、上海进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人宫子仪、黄伟坤、刘勇、严罗美。

本标准等效采用AOAC第14版“鱼籽酱中硼酸分光光度计测定方法”。