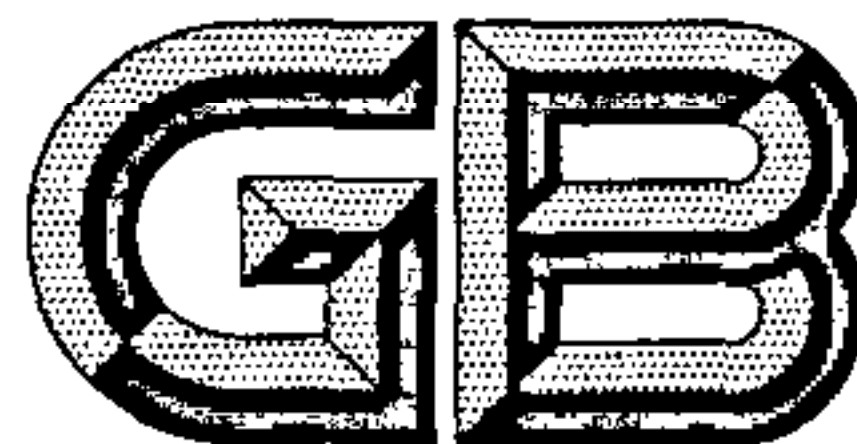


ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.14—2003
代替 GB/T 5009.14—1996

食品中锌的测定

Determination of zinc in foods

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 5009.14—1996《食品中锌的测定方法》。

本标准与 GB/T 5009.14—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《食品中锌的测定》;
- 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。

本标准第一法由贵州省卫生防疫站、广西壮族自治区卫生防疫站负责起草。

本标准第二法由湖南省卫生防疫站、天津市卫生防疫站负责起草。

本标准第三法由广西壮族自治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。

食品中锌的测定

1 范围

本标准规定了食品中锌的测定方法。

本标准适用于食品中锌的测定。

本方法检出限:原子吸收法为 0.4 mg/kg;二硫脲比色法为 2.5 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 5009.11—2003 食品中总砷及无机砷的测定

第一法 原子吸收光谱法

3 原理

试样经处理后,导入原子吸收分光光度计中,原子化以后,吸收 213.8 nm 共振线,其吸收值与锌含量成正比,与标准系列比较定量。

4 试剂

4.1 4-甲基戊酮-2(MIBK,又名甲基异丁酮)。

4.2 磷酸(1+10)。

4.3 盐酸(1+11):量取 10 mL 盐酸加到适量水中再稀释至 120 mL。

4.4 混合酸:硝酸+高氯酸(3+1)。

4.5 锌标准溶液:准确称取 0.500 g 金属锌(99.99%)溶于 10 mL 盐酸中,然后在水浴上蒸发至近干,用少量水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,贮于聚乙烯瓶中,此溶液每毫升相当 0.50 mg 锌。

4.6 锌标准使用液:吸取 10.0 mL 锌标准溶液置于 50 mL 容量瓶中,以盐酸(0.1 mol/L)稀释至刻度,此溶液每毫升相当于 100.0 μ g 锌。

5 仪器

原子吸收分光光度计。

6 分析步骤

6.1 试样处理

6.1.1 谷类:去除其中杂物及尘土,必要时除去外壳,磨碎,过 40 目筛,混匀。称取约 5.00 g~10.00 g 置于 50 mL 瓷坩埚中,小火炭化至无烟后移入马弗炉中,500℃ \pm 25℃灰化约 8 h 后,取出坩埚,放冷后再加入少量混合酸,小火加热,不使干涸,必要时加少许混合酸,如此反复处理,直至残渣中无炭粒,待坩埚稍冷,加 10 mL 盐酸(1+11),溶解残渣并移入 50 mL 容量瓶中,再用盐酸(1+11)反复洗涤坩埚,洗液并入容量瓶中,并稀释至刻度,混匀备用。

取与试样处理相同量的混合酸和盐酸(1+11),按同一操作方法做试剂空白试验。

6.1.2 蔬菜、瓜果及豆类:取可食部分洗净晾干,充分切碎或打碎混匀。称取 10.00 g~20.00 g 置于瓷坩埚中,加 1 mL 磷酸(1+10),小火炭化,以下按 6.1.1 自“然后移入马弗炉中……”起依法操作。

6.1.3 禽、蛋、水产及乳制品:取可食部分充分混匀。称取 5.00 g~10.00 g 置于瓷坩埚中,小火炭化,以下按 6.1.1 自“然后移入马弗炉中……”起依法操作。

乳类经混匀后,量取 50 mL,置于瓷坩埚中,加 1 mL 磷酸(1+10),在水浴上蒸干,再小火炭化,以下按 6.1.1 自“然后移入马弗炉中……”起依法操作。

6.2 测定

吸取 0.10、0.20、0.40、0.80 mL 锌标准使用液,分别置于 50 mL 容量瓶中,以盐酸(1 mol/L)稀释至刻度,混匀(各容量瓶中每毫升分别相当于 0、0.2、0.4、0.8、1.6 μg 锌)。

将处理后的样液、试剂空白液和各容量瓶中锌标准溶液分别导入调至最佳条件的火焰原子化器进行测定。参考测定条件:灯电流 6 mA,波长 213.8 nm,狭缝 0.38 nm,空气流量 10 L/min,乙炔流量 2.3 L/min,灯头高度 3 mm,氘灯背景校正,以锌含量对应吸光值,绘制标准曲线或计算直线回归方程,试样吸光值与曲线比较或代入方程求出含量。

7 结果计算

试样中锌的含量按式(1)进行计算。

$$X = \frac{(A_1 - A_2) \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X —— 试样中锌的含量,单位为毫克每千克或毫克每升(mg/kg 或 mg/L);

A₁ —— 测定用试样液中锌的含量,单位为微克每毫升(μg/mL);

A₂ —— 试剂空白液中锌的含量,单位为微克每毫升(μg/mL);

m —— 试样质量或体积,单位为克或毫升(g 或 mL);

V —— 试样处理液的总体积,单位为毫升(mL)。

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%。

第二法 二硫脲比色法

9 原理

试样经消化后,在 pH4.0~5.5 时,锌离子与二硫脲形成紫红色络合物,溶于四氯化碳,加入硫代硫酸钠,防止铜、汞、铅、铋、银和镉等离子干扰,与标准系列比较定量。

10 试剂

10.1 乙酸钠溶液(2 mol/L):称取 68 g 乙酸钠(CH₃COONa · 3H₂O),加水溶解后稀释至 250 mL。

10.2 乙酸(2 mol/L):量取 10.0 mL 冰乙酸,加水稀释至 85 mL。

10.3 乙酸-乙酸盐缓冲液:乙酸钠溶液(2 mol/L)与乙酸(2 mol/L)等量混合,此溶液 pH 为 4.7 左右。用二硫脲-四氯化碳溶液(0.1 g/L)提取数次,每次 10 mL,除去其中的锌,至四氯化碳层绿色不变为止,弃去四氯化碳层,再用四氯化碳提取乙酸-乙酸盐缓冲液中过剩的二硫脲,至四氯化碳无色,弃去四氯化碳层。

- 10.4 氨水(1+1)。
- 10.5 盐酸(2 mol/L):量取 10 mL 盐酸,加水稀释至 60 mL。
- 10.6 盐酸(0.02 mol/L):吸取 1 mL 盐酸(2 mol/L),加水稀释至 100 mL。
- 10.7 盐酸羟胺溶液(200 g/L):称取 20 g 盐酸羟胺,加 60 mL 水,滴加氨水(1+1),调节 pH 至 4.0~5.5,以下按 10.3 用二硫脲-四氯化碳溶液(0.1 g/L)处理。
- 10.8 硫代硫酸钠溶液(250 g/L):用乙酸(2 mol/L)调节 pH 至 4.0~5.5。以下按 10.3 用二硫脲-四氯化碳溶液(0.1 g/L)处理。
- 10.9 二硫脲-四氯化碳溶液(0.1 g/L)。
- 10.10 二硫脲使用液:吸取 1.0 mL 二硫脲-四氯化碳溶液(0.1 g/L),加四氯化碳至 10.0 mL,混匀。用 1 cm 比色杯,以四氯化碳调节零点,于波长 530 nm 处测吸光度(A)。用式(2)计算出配制 100 mL 二硫脲使用液(57%透光率)所需的二硫脲-四氯化碳溶液(0.10 g/L)毫升数(V)。
- $$V = \frac{10(2 - \lg 57)}{A} = \frac{2.44}{A} \dots\dots\dots(2)$$
- 10.11 锌标准溶液:准确称取 0.100 0 g 锌,加 10 mL 盐酸(2 mol/L),溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。此溶液每毫升相当于 100.0 μg 锌。
- 10.12 锌标准使用液:吸取 1.0 mL 锌标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加 1 mL 盐酸(2 mol/L),以水稀释至刻度,此溶液每毫升相当于 1.0 μg 锌。
- 10.13 酚红指示液(1 g/L):称取 0.1 g 酚红,用乙醇溶解至 100 mL。

11 仪器

分光光度计。

12 分析步骤

12.1 试样消化

同 GB/T 5009.11—2003 中 12.1。

12.2 测定

准确吸取 5 mL~10 mL 定容的消化液和相同量的试剂空白液,分别置于 125 mL 分液漏斗中,加 5 mL 水、0.5 mL 盐酸羟胺溶液(200 g/L),摇匀,再加 2 滴酚红指示液,用氨水(1+1)调节至红色,再加 2 滴。再加 5 mL 二硫脲-四氯化碳溶液(0.1 g/L),剧烈振摇 2 min,静置分层。将四氯化碳层移入另一分液漏斗中,水层再用少量二硫脲-四氯化碳溶液振摇提取,每次 2 mL~3 mL,直至二硫脲-四氯化碳溶液绿色不变为止。合并提取液,用 5 mL 水洗涤,四氯化碳层用盐酸(0.02 mol/L)提取 2 次,每次 10 mL,提取时剧烈振摇 2 min,合并盐酸(0.02 mol/L)提取液,并用少量四氯化碳洗去残留的二硫脲。

吸取 0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 锌标准使用液(相当 0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 μg 锌),分别置于 125 mL 分液漏斗中,各加盐酸(0.02 mol/L)至 20 mL。于试样提取液、试剂空白提取液及锌标准溶液各分液漏斗中加 10 mL 乙酸-乙酸盐缓冲液、1 mL 硫代硫酸钠溶液(250 g/L),摇匀,再各加入 10.0 mL 二硫脲使用液,剧烈振摇 2 min。静置分层后,经脱脂棉将四氯化碳层滤入 1 cm 比色杯中,以四氯化碳调节零点,于波长 530 nm 处测吸光度,标准各点吸收值减去零管吸收值后绘制标准曲线,或计算直线回归方程,样液吸收值与曲线比较或代入方程求得含量。

13 结果计算

试样中锌的含量按式(3)进行计算。

$$X = \frac{(A_1 - A_2) \times 1\,000}{m \times (V_2/V_1) \times 1\,000} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

X——试样中锌的含量,单位为毫克每千克或毫克每升(mg/kg 或 mg/L);

A_1 ——测定用试样消化液中锌的质量,单位为微克(μg);

A_2 ——试剂空白液中锌的质量,单位为微克(μg);

m ——试样质量或体积,单位为克或毫升(g 或 mL);

V_1 ——试样消化液的总体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——测定用消化液的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留两位有效数字。

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%。

第三法 二硫腈比色法(一次提取)

15 原理

同第 9 章。

16 试剂

16.1 乙酸-乙酸盐缓冲液:同 10.3。

16.2 硫代硫酸钠溶液(250 g/L):同 10.8。

16.3 二硫腈-四氯化碳溶液(0.01 g/L)。

16.4 氨水(1+1)。

16.5 锌标准使用液:同 10.12。

16.6 甲基橙指示液(2 g/L):称取 0.2 g 甲基橙,用乙醇(20%)溶解并稀释至 100 mL。

17 仪器

分光光度计。

18 分析步骤

18.1 试样消化

同 12.1。

18.2 测定

准确吸取 5 mL~10 mL 定容的消化液和相同量的试剂空白液,分别置于 125 mL 分液漏斗中,加水至 10 mL。

吸取 0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 锌标准使用液(相当 0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 μg 锌),分别置于 125 mL 分液漏斗中,各加水至 10 mL。

于试样消化液、试剂空白液及锌标准液中各加 1 滴甲基橙指示液,用氨水调至由红变蓝,再各加 5 mL 乙酸-乙酸盐缓冲液及 1 mL 硫代硫酸钠溶液(250 g/L)混匀后,各加 10.0 mL 二硫腈-四氯化碳溶液(0.01 g/L),剧烈振摇 4 min,从“静置分层……”以下同 12.2 的操作。

19 结果计算

同第 13 章。

20 精密度

同第 14 章。