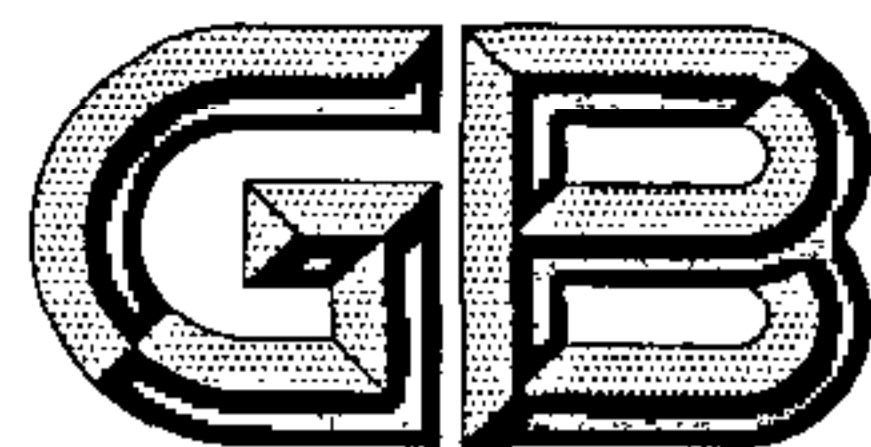


ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.94—2003
代替 GB/T 13108—1991

植物性食品中稀土的测定

Determination of rare earths in vegetable 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

669

前 言

本标准代替 GB/T 13108—1991《植物性食品中稀土的测定方法》。

本标准与 GB/T 13108—1991 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《植物性食品中稀土的测定》；

——按 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。

本标准由卫生部食品卫生监督检验所负责起草，湖南省卫生防疫站、辽宁省食品卫生监督检验所、上海市食品卫生监督检验所、福建省卫生防疫站、福州市卫生防疫站参加起草。

本标准主要起草人：苏德昭、王淮州。

原标准于 1991 年首次发布，本次为第一次修订。

植物性食品中稀土的测定

1 范围

本标准规定了用分光光度三波长法测定稀土的方法。

本标准适用于谷类粮食、蔬菜、水果中稀土的测定。

本方法检出限 $0.1 \mu\text{g}$ (5 g 试样)。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

2.1

稀土 (rare earth)

周期表第Ⅲ类副族元素钪、钇及镧系元素的总称。

3 原理

稀土元素与偶氮胂Ⅲ、偶氮胂 K 混合络合试剂、二苯胍络合组成多元络合物,在 pH3.3 时,用三波长方法于 $\lambda_1=680 \text{ nm}$, $\lambda_2=660 \text{ nm}$, $\lambda_3=640 \text{ nm}$ 波长处测出相应对光吸收值 A ,按计算式求出 $\Delta A=A_2 - \frac{A_1+A_3}{2}$ 的值,并与对应的标准系列比较定量。

4 试剂

4.1 盐酸。

4.2 硫酸。

4.3 硝酸。

4.4 30%过氧化氢。

4.5 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=6 \text{ mol/L}$ 。量取 100 mL 盐酸(4.1),用水稀释至 200 mL。

4.6 硫酸溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=6 \text{ mol/L}$ 。量取 50 mL 硫酸(4.2),缓缓倒入 200 mL 水中,冷却后加水至 300 mL。

4.7 硫酸溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=3 \text{ mol/L}$ 。取 100 mL 6 mol/L 硫酸液(4.6)加水稀释至 200 mL。

4.8 一氯乙酸-氨缓冲液:用 36 mL 浓氨水倒入 900 mL 水中,缓缓加入 50 g 一氯乙酸,溶解后放置 15 min, pH 计上调节至 pH 3.3,加水至 1 000 mL。

4.9 磺基水杨酸溶液(100 g/L):称取 10 g 磺基水杨酸,加 80 mL 水溶解,用固体氢氧化钠调节 pH 值近 3.3(约需 20 粒~30 粒),再用 1+1 的氨水或盐酸调至 pH3.3,加水稀释至 100 mL。

4.10 抗坏血酸溶液(50 g/L):称取 5 g 抗坏血酸,用 90 mL 水溶解后,用 1+1 的氨水或盐酸调节至 pH 3.3,加水稀释至 100 mL,临用时配制。

4.11 二苯胍乙醇液(150 g/L):称取 15 g 二苯胍,用 5 mL 水湿润,加盐酸溶液(4.5) 15 mL,不断搅拌下加入 60 mL 乙醇,溶解后用 1+1 的氨水或盐酸调节至 pH 3.3 左右,并用乙醇补足至 100 mL,最后溶液应透明,不得有沉淀或乳浊状物。

4.12 偶氮胂Ⅲ-偶氮胂 K 混合络合试剂(以下简称Ⅲ K 试剂):量取 0.5 g/L 的偶氮胂Ⅲ水溶液和 0.5 g/L 偶氮胂 K 水溶液,以 1+1 的体积比混合。

4.13 稀土标准溶液:准确称取干燥的 La_2O_3 、 CeO_2 、 Pr_6O_{11} 、 Nd_2O_3 、 Sm_2O_3 (99.5% 以上含量)各

0.025 0 g,分别置于小烧杯中,各加 4 mL 盐酸液(4.5),置水浴上热溶解[CeO₂ 需滴加 3 滴过氧化氢(4.4)。溶解后稍加热除去过剩的 H₂O₂],各转移入 25 mL 容量瓶内并加水稀释至刻度,此溶液每毫升含 1.0 mg 稀土(以氧化物计)。

4.14 稀土标准使用溶液:分别吸取稀土标准溶液(4.13),按 La₂O₃ : CeO₂ : Pr₆O₁₁ : Nd₂O₃ : Sm₂O₃ 为 20 : 50 : 10 : 15 : 5 的比例,用水稀释成每毫升含 5.0 μg 混合稀土(相当稀土氧化物总量计)。

5 仪器

- 5.1 电热水浴锅。
- 5.2 实验用电炉(附调温器)。
- 5.3 瓷灰化皿:50 mL、75 mL。
- 5.4 高温马福炉。
- 5.5 具塞刻度试管:10 mL。
- 5.6 分光光度计。
- 5.7 pH 计。

6 试样制备

- 6.1 谷类:除去外壳,磨碎,过 20 目筛,混匀。
- 6.2 蔬菜、水果类:取可食部分,洗净,晾干或纱布揩干,剁碎或捣碎后混匀。试样不能即时化验,应于 85℃ 烘干后装入广口玻璃瓶,密封存放阴凉处,并记录干鲜比。

7 分析步骤

7.1 试样处理

7.1.1 称取各类试样 5 g(6.1),置于瓷灰化皿中(5.3),加 5 mL 6 mol/L 硫酸液(4.6),盖好玻盖,浸泡 0.5 h 以上(可放置过夜),小火蒸干,继续加热炭化至不冒烟,移入高温炉中,250℃ 保持 1 h 后,以 50℃/0.5 h 升温至 600℃ ± 20℃,灰化 4 h~6 h,冷却后取出,滴加 2 mL 硝酸(4.3)湿润灰分,蒸干后移入高温炉内,600℃ 灰化 2 h,必要时重复一次。取出冷却后加 2 mL 6 mol/L 盐酸(4.5),2 滴过氧化氢(4.4),水浴蒸干,再热溶解蒸干一次。用水少量多次洗入 10 mL 刻度试管中(5.5)并稀释至刻度。少量不溶物静置沉淀或离心。按同一方法做试剂空白试验。

7.1.2 称取蔬菜、水果试样 20 g~30 g(6.2),置于瓷灰化皿中(5.3),加 10 mL 硫酸液(4.7)浸泡 0.5 h 以上,以下按 7.1.1 自“小火蒸干”起依法操作。

7.2 测定

7.2.1 标准曲线

吸取 0,0.10,0.20,0.40,0.60,0.80,1.00 mL 稀土标准使用液(4.14)(相当 0,0.50,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00 μg 稀土总量)分别置于预先加入 2 mL 缓冲液(4.8)的具塞刻度试管(5.5)中,各加 1 mL 磺基水杨酸溶液(4.9),1 mL 抗坏血酸溶液(4.10),混匀,用水补至约 8 mL,混匀后放置 10 min,各加 1 mL 二苯胍乙醇液(4.11),即刻摇匀,溶液应清澈透亮无混浊,然后各加 1 mL III K 络合试剂(4.12),混匀,20 min 后,用 3 cm 杯,于分光光度计上以零管调节零点,分别在波长 λ₁ = 680 nm, λ₂ = 660 nm, λ₃ = 640 nm 处测其对应的吸光度。按式 $\Delta A = A_2 - \frac{A_1 + A_3}{2}$ 计算各标准的 ΔA 值,以 ΔA 值为纵坐标,对应的标准含量为横坐标绘制标准曲线。

7.2.2 吸取 2.0 mL~4.0 mL 试样制备液和同量的试剂空白溶液,分别置于预先加入 2 mL 缓冲液(4.8)的具塞试管(5.5)中,以下按 7.2.1 自“各加 1 mL 磺基水杨酸溶液(4.9)”起依法操作,并与标准比较定量。

8 结果计算

$$X = \frac{(X_1 - X_0) \times 1\,000}{m \times \frac{V_2}{V_1} \times 1\,000}$$

式中:

X ——试样中稀土的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

X_0 ——试剂空白液中稀土的质量,单位为微克(μg);

X_1 ——测定用试样液中稀土的质量,单位为微克(μg);

V_1 ——试样制备的总体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——测定用试样制备液体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

9 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,稀土含量在 0.05 mg/kg~0.50 mg/kg 范围,不得超过算术平均值的 20%;稀土含量在 0.51 mg/kg~2.00 mg/kg 范围,不得超过算术平均值的 15%。