

GB/T 5009.14—1996 食品中锌的测定方法

1 主题内容与适用范围

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。

最低检出浓度：原子吸收法为 0.4mg/Kg；二硫脲比色法为 2.5mg/Kg。

2 引用标准

GB/T 5009.11—1996 食品中总砷的测定方法

第一篇 原子吸收光谱法(第一法)

3 原理

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

4 试剂

4.1 磷酸(1+10)。

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

4.3 锌标准溶液：准确称取 0.500g 金属锌(99.99%)，溶于 10mL 盐酸中，然后在水浴上蒸发至近干，用少量水溶解后移入 1000mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，贮于聚乙烯瓶中，此溶液每毫升相当于 0.50mg 锌。

4.4 锌标准使用液：吸取 10.0mL 锌标准溶液，置于 50mL 容量瓶中，以盐酸(0.1mol/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

6.1.1 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 5.00~10.00g 置于 50mL 瓷坩埚中，小火炭化至无烟后移入马弗炉中，500 \pm 25 $^{\circ}$ C 灰化约 8h 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 10mL 盐酸(1+11)，溶解残渣并移入 50mL 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。

取与样品处理相同的混合酸和盐酸(1+11)，按同一操作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 10.00~20.00g，置于瓷坩埚中，加 1mL 磷酸(1+10)，小火炭化，以下按 6.1.1 自“至无烟后移入马弗炉中”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 5.00~10.00g，置于瓷坩埚中，小火炭化，以下按 6.1.1 自“至无烟后移入马弗炉中”起依法操作。

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

6.2 测定

吸取 0, 0.10, 0.20, 0.40, 0.80mL 锌标准使用液，分别置于 50mL 容量瓶中，以盐酸(1mol/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 μ g 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 6mA，波长 213.8nm，狭缝

0.38nm, 空气流量 10L/min, 乙炔流量 2.3L/min, 灯头高度 3mm, 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, 样品吸光值与曲线比较或代入议程求出含量。

7. 计算

式中: X1——样品中锌的含量, mg/kg 或 mg/L;

A1——测定用样品液中锌的含量, $\mu\text{g/mL}$;

A2——试剂空白液中锌的含量, $\mu\text{g/mL}$;

m1——样品质量(体积), g(mL);

V1——样品处理液的总体积, mL。

结果的表述: 报告平行测定的算术平均值的二位有效数字。

8 允许差

相对相差 $\leq 10\%$ 。

第二篇 二硫腙比色法(第二法)

9 原理

样品经消化后, 在 pH4.0~5.5 时, 锌离子与二硫腙形成紫红色络合物, 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(2mol/L): 称取 68g 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$), 加水溶解后稀释至 250mL。

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

10.3 乙酸—乙酸盐缓冲液: 乙酸钠溶液(2mol/L)与乙酸(2mol/L)等量混合, 此溶液 pH 为 4.7 左右。用二硫腙—四氯化碳溶液(0.1g/L)提取数次, 每次 10mL, 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腙, 至四氯化碳无色, 弃去四氯化碳层。

10.4 氨水(1+1)。

10.5 盐酸(2mol/L): 量取 10mL 盐酸, 加水稀释至 60mL。

10.6 盐酸(0.02mol/L): 吸取 1mL 盐酸(2mol/L), 加水稀释至 100mL。

10.7 盐酸羟胺溶液(200g/L): 称取 20g 盐酸羟胺, 加 60mL 水, 滴加氨水(1+1), 调节 pH 至 4.0~5.5, 以下按 10.3 用二硫腙—四氯化碳溶液(0.1g/L)处理。

10.8 硫代硫酸钠溶液(250g/L): 用乙酸(2mol/L)调节 pH 至 4.0~5.5。以下按 10.3 用二硫腙—四氯化碳溶液(0.1g/L)处理。

10.9 二硫腙—四氯化碳溶液(0.1g/L)。

10.10 二硫腙使用液: 吸取 1.0mL 二硫腙—四氯化碳溶液(0.1g/L), 加四氯化碳至 10.0mL, 混匀。用 1cm 比色杯, 以四氯化碳调节零点, 于波长 530nm 处测吸光度(A)。用式(2)计算出配制 100mL 二硫腙使用液(57%透光率)所需的二硫腙—四氯化碳溶液(0.10g/L)毫升数(V)。

10.11 锌标准溶液: 准确称取 0.1000g 锌, 加 10mL 盐酸(2mol/L), 溶解后移入 1000mL 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 1.0mL 锌标准溶液, 置于 100mL 容量瓶中, 加

1mL 盐酸(2mol/L), 以水稀释至刻度, 此溶液每毫升相当于 1.0 μ g 锌。

10.13 酚红指示液(1g/L): 称取 0.1g 酚红, 用乙醇溶解至 100mL。

11 仪器

分光光度计。

12 分析步骤

12.1 样品消化

同 GB/T 5009.11—1996 中 5.1 或 5.2。

12.2 测定

准确吸取 5~10mL 定容的消化液和相同量的试剂空白液, 分别置于 125mL 分液漏斗中, 加 5mL 水、0.5mL 盐酸羟胺溶液(200g/L), 摇匀, 再加 2 滴酚红指示液, 用氨水(1+1)调节至红色, 再多加 2 滴。再加 5mL 二硫脲—四氯化碳溶液(0.1g/L), 剧烈振摇 2min, 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 2~3mL, 直至二硫脲四氯化碳溶液绿色不变为止。合并提取液, 用 5mL 水洗涤, 四氯化碳层用盐酸(0.02mol/L)提取 2 次, 每次 10mL, 提取时剧烈振摇 2min, 合并盐酸(0.02mol/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, 5.0mL 锌标准使用液(相当 0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0 μ g 锌), 分别置于 125mL 分液漏斗中, 各加盐酸(0.02mol/L)至 20mL。于样品提取液、试剂空白提取液及锌标准溶液各分液漏斗中加 10mL 乙酸—乙酸盐缓冲液、1mL 硫代硫酸钠溶液(250g/L), 摇匀, 再各加入 10.0mL 二硫脲使用液, 剧烈振摇 2min。静置分层后, 经脱脂棉将四氯化碳层滤入 1cm 比色杯中, 以四氯化碳调节零点, 于波长 530nm 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 计算

式中: X_2 ——样品中锌的含量, mg/Kg 或 mg/L;

m_3 ——测定用样品消化液中锌的质量, μ g;

m_4 ——试剂空白液中锌的质量, μ g;

m_2 ——样品质量(体积), g(mL);

V_2 ——样品消化液的总体积, mL;

V_3 ——测定用消化液的体积, mL。

结果的表述: 报告平行测定的算术平均值的二位有效数字。

14 允许差

相对相差 \leq 10%。

第三篇 二硫脲比色法(一次提取)(第三法)

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(250g/L): 同 10.8。

16.3 二硫脲—四氯化碳溶液(0.01g/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(2g/L): 称取 0.2g 甲基橙, 用乙醇(20%)溶解并稀释至 100mL。

17 仪器

分光光度计。

18 分析步骤

18.1 样品消化

同 12.1。

18.2 测定

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

吸取 0, 1.0, 2.0, 3.0, 4.0, 5.0mL 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 125mL 分液漏斗中, 各加水至 10mL。

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

19 计算

同第 13 章。

附加说明:

本标准由卫生部卫生监督司提出。

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; 第二法由湖南省卫生防疫站、天津市卫生防疫站负责起草; 第三法由广西壮族自治区卫生防疫站负责起草。

本标准由卫生部委托技术归口单位卫生部食品卫生监督检验所负责解释。

资料提供:



cence[®]

全称: 长沙湘仪离心机仪器有限公司

湖南湘仪实验室仪器开发有限公司

生产地址: 湖南望城台商投资开发区湘仪工业园

营销中心地址: 湖南省长沙市枫林二路裕园大厦三单元 16 楼

联系人: 卢一红

手机: 13874972826

电话: 0736-2842826/0731-2842825

传真: 0731-2842829

邮编: 410205

客服 QQ: 784757816

网址: <http://www.xiangyilxi.com>

E-mail: lxjxy@lxjxy.com / xiangyi@xiangyilxj.com

注: 如没有特殊说明, 本公司所提供资料均从互联网搜集所得, 故不对资料内容负任何责任