

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.90—2003
代替 GB/T 12396—1990

食品中铁、镁、锰的测定

Determination of iron, magnesium and manganese 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

645

前 言

本标准代替 GB/T 12396—1990《食物中铁、镁、锰的测定方法》。

本标准与 GB/T 12396—1990 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《食品中铁、镁、锰的测定》；

——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。

本标准由中国预防医学科学院营养与食品卫生研究所起草。

本标准主要起草人：周兴汉、门建华、王光亚。

原标准于 1990 年首次发布，本次为第一次修订。

食品中铁、镁、锰的测定

1 范围

本标准规定了用原子吸收分光光度法测定食品中铁、镁及锰。

本标准适用于各种食品中铁、镁及锰的测定。

本方法检出限:铁为 $0.2 \mu\text{g/mL}$, 镁为 $0.05 \mu\text{g/mL}$, 锰为 $0.1 \mu\text{g/mL}$ 。

2 原理

试样经湿消化后,导入原子吸收分光光度计中,经火焰原子化后,铁、镁、锰分别吸收 248.3 nm 、 285.2 nm 、 279.5 nm 的共振线,其吸收量与它们的含量成正比,与标准系列比较定量。

3 试剂

3.1 盐酸。

3.2 硝酸。

3.3 高氯酸。

3.4 混合酸消化液:硝酸+高氯酸=4+1。

3.5 0.5 mol/L 硝酸溶液:量取 32 mL 硝酸,加去离子水并稀释至 $1\,000 \text{ mL}$ 。

3.6 标准溶液

铁、镁、锰标准溶液:准确称取金属铁、金属镁、金属锰(纯度大于 99.99%)各 $1.000\,0 \text{ g}$,或含 $1.000\,0 \text{ g}$ 纯金属相对应的氧化物。分别加硝酸溶解并移入三只 $1\,000 \text{ mL}$ 容量瓶中,加 0.5 mol/L 硝酸溶液并稀释至刻度。贮存于聚乙烯瓶内, 4°C 保存。此三种溶液每毫升各相当于 1 mg 铁、镁、锰。

3.7 标准应用液

铁、镁、锰标准使用液的配制见表 1。

表 1 标准使用液配制

元素	标准溶液浓度/ ($\mu\text{g/mL}$)	吸取标准溶液量/ mL	稀释体积(容量瓶)/ mL	标准使用液浓度/ ($\mu\text{g/mL}$)	稀释溶液
铁	1 000	10.0	100	100	0.5 mol/L 硝酸溶液
镁	1 000	5.0	100	50	
锰	1 000	10.0	100	100	

铁、镁、锰标准使用液配置后,贮存于聚乙烯瓶内, 4°C 保存。

4 仪器

所用玻璃仪器均硫酸-重铬酸钾洗液浸泡数小时,再用洗衣粉充分洗刷,后再用水反复冲洗,最后用去离子水冲洗晒干或烘干,方可使用。

4.1 实验室常用设备。

4.2 原子吸收分光光度计。

5 分析步骤

5.1 试样处理

5.1.1 试样制备:微量元素分析的试样制备过程应特别注意防止各种污染。所用设备如电磨、绞肉机、匀浆器、打碎机等必须是不锈钢制品。所用容器必须使用玻璃或聚乙烯制品。

鲜湿样(如蔬菜、水果、鲜鱼、鲜肉等)用自来水冲洗干净后,要用去离子水充分洗净。干粉类试样(如面粉、奶粉等)取样后立即装容器密封保存,防止空气中的灰尘和水分污染。

5.1.2 试样消化:精确称取均匀试样干样 0.5 g~1.5 g,湿样 2.0 g~4.0 g,饮料等液体样品 5.0 g~10.0 g 于 250 mL 高型烧杯中,加混合酸消化液 20 mL~30 mL,上盖表面皿。置于电热板或电沙浴上加热消化。如未消化好而酸液过少时;再补加几毫升混合酸消化液,继续加热消化,直至无色透明为止。再加几毫升水,加热以除去多余的硝酸。待烧杯中的液体接近 2 mL~3 mL 时,取下冷却。用去离子水洗并转移于 10 mL 刻度试管中,加水定容至刻度。

取与消化试样相同量的混合酸消化液,按上述操作做试剂空白测定。

5.2 测定

将铁、镁、锰标准使用液分别配制不同浓度系列的标准稀释液,方法见表 2,测定操作参数见表 3。

表 2 不同浓度系列标准稀释液的配制方法

元素	使用液浓度/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	吸取使用液量/ mL	稀释体积(容量瓶)/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	稀释溶液
铁	100	0.5	100	0.5 mol/L 硝酸溶液
		1		
		2		
		3		
		4		
镁	50	0.5	500	0.5 mol/L 硝酸溶液
		1		
		2		
		3		
		4		
锰	100	0.5	200	0.5 mol/L 硝酸溶液
		1		
		2		
		3		
		4		

表 3 测定操作参数

元素	波长/nm	光源	火焰	标准系列浓度范围/ ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	稀释溶液
铁	248.3	紫外	空气-乙炔	0.5~4.0	0.5 mol/L 硝酸溶液
镁	285.2	紫外		0.05~1.0	
锰	279.5	紫外		0.25~2.0	

其他实验条件:仪器狭缝、空气及乙炔的流量、灯头高度、元素灯电流等均按使用的仪器说明调至最佳状态。

5.3 结果计算

以各浓度系列标准溶液与对应的吸光度绘制标准曲线。

测定用试样液及试剂空白液由标准曲线查出浓度值(c 及 c_0),再按式(1)计算。

$$X = \frac{(c - c_0) \times V \times f \times 100}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X ——试样中元素的含量,单位为毫克每百克(mg/100 g);

c ——测定用试样液中元素的浓度(由标准曲线查出),单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

c_0 ——试剂空白液中元素的浓度(由标准曲线查出),单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试样定容体积,单位为毫升(mL);

f ——稀释倍数;

m ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

6 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%。