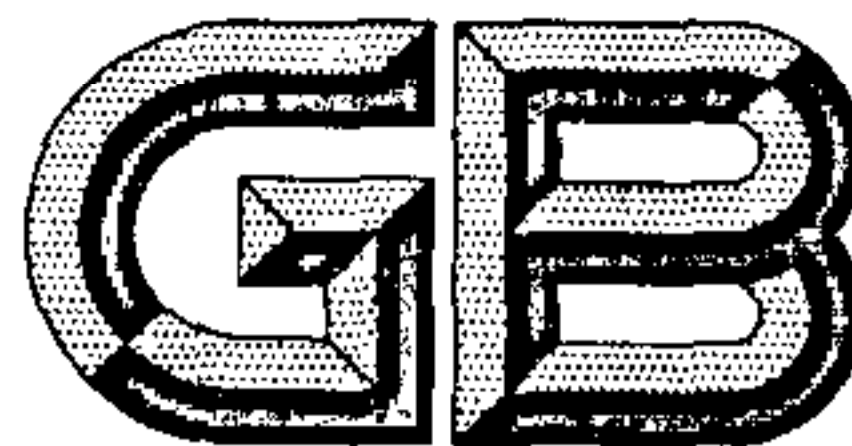


ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.91—2003
代替 GB/T 12397—1990

食品中钾、钠的测定

Determination of potassium and sodium 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

651

前 言

本标准对应于 ISO 8070《奶粉中钠和钾的测定方法——火焰发射光谱法》(1987 年英文版)。本标准与 ISO 8070 的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 12397—1990《食物中钾、钠的测定方法》。

本标准与 GB/T 12397—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《食品中钾、钠的测定》；

——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负责起草。

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。

食品中钾、钠的测定

1 范围

本标准规定了用火焰发射光谱法测定食品中钾和钠。

本标准适用于各种食品中钾、钠的测定。

本方法检出限：钾为 $0.05 \mu\text{g}$ 、钠为 $0.3 \mu\text{g}$ ；线性范围：钾为 $0.1 \mu\text{g} \sim 0.5 \mu\text{g}$ ；钠为 $1.0 \mu\text{g} \sim 4.0 \mu\text{g}$ 。

2 原理

试样处理后，导入火焰光度计中，经火焰原子化后，分别测定钾、钠的发射强度。钾发射波长 766.5 nm ，钠发射波长 589 nm 。其发射强度与它们的含量成正比，与标准系列比较定量。

3 试剂

3.1 硝酸。

3.2 高氯酸。

3.3 混合酸消化液：硝酸+高氯酸=4+1。

3.4 钠及钾标准储备溶液：将氯化钾及氯化钠（纯度大于 99.99%）于烘箱中 $110^\circ\text{C} \sim 120^\circ\text{C}$ 干燥 2 h。精确称取 1.9068 g 氯化钾及 2.5421 g 氯化钠，分别溶于水中，并移入 1000 mL 容量瓶中，稀释至刻度，贮存于聚乙烯瓶内， 4°C 保存。此溶液每毫升相当于 1 mg 钾或钠。

3.5 标准使用液

3.5.1 钾标准使用液：吸取 5.0 mL 钾标准储备溶液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，贮存于聚乙烯瓶中， 4°C 保存。此溶液每毫升相当于 $50 \mu\text{g}$ 钾。

3.5.2 钠标准使用液：吸取 10.0 mL 钠标准储备溶液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，贮存于聚乙烯瓶中， 4°C 保存。此溶液每毫升相当于 $100 \mu\text{g}$ 钠。

4 仪器

所用玻璃仪器均以硫酸-重铬酸钾洗液浸泡数小时，再用洗衣粉充分洗刷后，用自来水反复冲洗，最后用去离子水冲洗晾干或烘干，方可使用。

4.1 实验室常用玻璃仪器：

4.1.1 高型烧杯（ 250 mL ）；

4.1.2 电热板： $1000 \text{ W} \sim 3000 \text{ W}$ 。

4.2 火焰光度计。

5 分析步骤

5.1 试样处理

准确称取均匀干试样 $0.5 \text{ g} \sim 1 \text{ g}$ ，湿样 $1 \text{ g} \sim 2 \text{ g}$ ，饮料等液体试样 $3 \text{ g} \sim 5 \text{ g}$ 于 250 mL 高型烧杯中，加 $20 \text{ mL} \sim 30 \text{ mL}$ 混合酸消化液，上盖表面皿。置于电热板或电沙浴上加热消化。如消化不完全，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。加几毫升水，加热以除去多余的硝酸。待烧杯中的液体接近 $2 \text{ mL} \sim 3 \text{ mL}$ 时，取下冷却。用水洗并转移到 10 mL 刻度试管中，定容至刻度（也可用测铁、镁、锰的消化好的液样进行钾和钠的测定）。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

5.2.1 钾的测定

吸取 0.0、0.5、1.0、1.5、2.0、2.5 mL 钾标准使用液,分别置于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀(容量瓶中溶液每毫升分别相当于 0.0、0.1、0.2、0.3、0.4、0.5 μg 钾)。

将消化样液、试剂空白液、钾标准稀释液分别导入火焰,测定发射强度。测定条件:波长:766.5 nm,空气压力:0.4×10⁵ Pa,燃气的调整以火焰中不出现黄火焰为准。以钾含量对应浓度的发射强度绘制标准曲线。

5.2.2 钠的测定

吸取 0.0、1.0、2.0、3.0、4.0 mL 钠标准使用液,分别置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度(容量瓶中溶液每毫升分别相当于 0.0、1.0、2.0、3.0、4.0 μg 钠)。将消化样液、试剂空白液、钠标准稀释液分别导入火焰,测定其发射强度。测定条件:波长 589 nm,空气压力 0.4×10⁵ Pa,燃气的调整以火焰中不出现黄火焰为准。以钠含量对应浓度的发射强度绘制标准曲线。

6 结果计算

见式(1)。

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

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(μg/mL);
 - c₀——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(μg/mL);
 - V——试样液定容体积,单位为毫升(mL);
 - f——试样液稀释倍数;
 - m——试样的质量,单位为克(g)。
- 计算结果表示到小数点后两位。

7 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 7% (钾)和 9% (钠)。

