

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.123—2003
代替 GB/T 14962—1994

食品中铬的测定

Determination of chromium 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 14962—1994《食品中铬的测定方法》。

本标准与 GB/T 14962—1994 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《食品中铬的测定》；

——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。

本标准第一法负责起草单位：河北省卫生防疫站、河南省食品卫生监督检验所、华西医科大学、南京铁道医学院。

本标准第二法负责起草单位：华西医科大学、中国预防医学科学院与食品卫生研究所。

本标准第一法主要起草人：张欣棉、王淮州、李发生、田永碧、蒋兆坤。

本标准第二法主要起草人：王光建、田永碧、王淮州。

原标准于 1994 年首次发布，本次为第一次修订。

食品中铬的测定

1 范围

本标准规定了用原子吸收石墨炉法和示波极谱法测定食品中总铬的含量。

本标准适用于各类食品中总铬的含量测定。

本标准检出限:石墨炉法为 0.2 ng/mL;示波极谱法为 1 ng/mL。

第一法 原子吸收石墨炉法

2 原理

试样经消解后,用去离子水溶解,并定容到一定体积。吸取适量样液于石墨炉原子化器中原子化,在选定的仪器参数下,铬吸收波长为 357.9 nm 的共振线,其吸光度与铬含量成正比。

3 试剂

3.1 硝酸。

3.2 高氯酸。

3.3 过氧化氢。

3.4 1.0 mol/L 硝酸溶液。

3.5 铬标准溶液:称取优级纯重铬酸钾(110℃烘 2 h)1.413 5 g 溶于水中,定容于容量瓶至 500 mL,此溶液含铬 1.0 mg/mL 为标准储备液。临用时,将标准储备液用 1.0 mol/L 硝酸稀释,配成含铬 100 ng/mL 的标准使用液。

4 仪器

所用玻璃仪器及高压消解罐的聚四氟乙烯内筒均需在每次使用前用热盐酸(1+1)浸泡 1 h,用热的硝酸(1+1)浸泡 1 h,再用水冲洗干净后使用。

4.1 原子吸收分光光度计 带石墨管及铬空心阴极灯。

4.2 高温炉。

4.3 高压消解罐。

4.4 恒温电烤箱。

5 分析步骤

5.1 试样的预处理

5.1.1 粮食、干豆类去壳去杂物,粉碎,过 20 目筛,储于塑料瓶中保存备用。

5.1.2 蔬菜、水果等洗净晾干,取可食部分捣碎、备用。

5.1.3 肉、鱼等用水洗净,取可食部分捣碎、备用。

5.2 试样的消解(根据实验室条件可选用以下任何一种方法消解)

5.2.1 干式消解法

称取食物试样 0.5 g~1.0 g 于瓷坩埚中,加入 1 mL~2 mL 优级纯硝酸,浸泡 1 h 以上,将坩埚置于电炉上,小心蒸干,炭化至不冒烟为止,转移至高温炉中,550℃恒温 2 h,取出、冷却后,加数滴浓硝酸于坩埚内的试样灰中,再转入 550℃高温炉中,继续灰化 1 h~2 h,到试样呈白灰状,从高温炉中取出放

冷后,用硝酸(体积分数为1%)溶解试样灰,将溶液定量移入5 mL或10 mL容量瓶中,定容后充分混匀,即为试液。同时,按上述方法作空白对照。

5.2.2 高压消解罐消解法

取试样0.300 g~0.500 g,于具有聚四氟乙烯内筒的高压消解罐中。加入1.0 mL硝酸、4.0 mL过氧化氢液,轻轻摇匀,盖紧消解罐的上盖,放入恒温箱中,从温度升高至140℃时开始计时,保持恒温1 h,同时做试剂空白。取出消解罐待自然冷却后打开上盖,将消解液移入10 mL容量瓶中,将消解罐用水洗净。合并洗液于容量瓶中。用水稀释至刻度、混匀,即为试液。

5.2.3 标准曲线的制备

分别吸取铬标准使用液(100 ng/mL)0、0.10、0.30、0.50、0.70、1.00、1.50 mL于10 mL容量瓶中,用1.0 mol/L硝酸稀释至刻度,混匀。

5.3 测定

5.3.1 仪器测试条件

应根据各自仪器性能调至最佳状态。

参考条件:波长357.9 nm;干燥110℃,40 s;灰化1 000℃,30 s;原子化2 800℃,5 s。

背景校正:塞曼效应或氙灯。

5.3.2 测定

将原子吸收分光光度计调试到最佳状态后,将与试样含铬量相当的标准系列及试样液进行测定,进样量为20 μL,对有干扰的试样应注入与试样液同量的2%磷酸铵溶液(标准系列亦然)。

6 结果计算

按式(1)计算:

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

式中:

X——试样中铬的含量,单位为微克每千克(μg/kg);

A₁——试样溶液中铬的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

A₂——试剂空白液中铬的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V——试样消化液定容体积,单位为毫升(mL);

m——取试样量,单位为克(g)。

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10%。

第二法 示波极谱法

8 原理

试样经硫酸-过氧化氢处理后,铬(VI)在氨-氯化铵缓冲液中,有α,α'-联吡啶和亚硝酸钠存在下,于-1.4 V左右产生灵敏的极谱波,极谱波峰电流大小与铬含量成正比,与标准系列比较定量。

9 试剂

9.1 铬标准溶液

9.1.1 储备液

准确称取 1.4135 g 于 110℃ 干燥的优级纯重铬酸钾($K_2Cr_2O_7$)溶于水中,稀释至 500 mL,混匀,此液 1 mL 含 1.0 mg Cr(VI)。

9.1.2 应用液

吸取储备液逐级稀释成 1 mL 含 0.1 μ g Cr(VI)的应用液。

9.2 硫酸(化学纯)和 5.4 mol/L 硫酸。

9.3 过氧化氢。

9.4 0.1% 百里酚蓝指示剂(1 g/L)称取 0.1 g 百里酚蓝,用 20% 乙醇溶解并稀释至 100 mL,混匀。

9.5 1 mol/L 氢氧化钠溶液。

9.6 氨-氯化铵缓冲液

称取 53.5 g 氯化铵(分析纯)溶于水中,加入 7.2 mL 氨水(分析纯),加水稀释至 250 mL,混匀。

9.7 α, α' -联吡啶溶液

9.7.1 1×10^{-2} mol/L α, α' -联吡啶溶液:

称取 0.157 g α, α' -联吡啶(分析纯)溶于水中,稀释至 100 mL,放冰箱中可长期保存。

9.7.2 1×10^{-3} mol/L α, α' -联吡啶溶液:吸取 10.0 mL 1×10^{-2} mol/L α, α' -联吡啶溶液,加水稀释至 100 mL,混匀。

9.8 6 mol/L 亚硝酸钠溶液:称取 41.4 g 亚硝酸钠(分析纯)溶于水中,加水稀释至 100 mL,混匀,冰箱中保存。

10 仪器

10.1 示波极谱仪。

10.2 调压控温电热板。

11 分析步骤

11.1 准确称取 1 g~2 g 代表性试样于 150 mL 三角瓶中,加入 3.0 mL 硫酸,20 mL~30 mL 过氧化氢,放电热板上于 160℃~200℃ 加热消化至得到无色透明溶液(必要时,可补加过氧化氢)。继续加热至过氧化氢完全分解,瓶内出现三氧化硫(SO_3)烟雾,取下放冷。加水 10 mL,2 滴百里酚蓝指示剂,以 1 mol/L 氢氧化钠中和,至溶液刚变蓝色,再加 20 滴,加 2 mL 过氧化氢,于电热板上在 160℃~200℃ 下加热溶液,待大部分过氧化氢分解后,滴加 10 滴 0.5% 碘化钾溶液,继续加热至过氧化氢完全分解,取下放冷。以水转入 50 mL 容量瓶中,定容到刻度,取此液 5.0 mL 于 25 mL 比色管中供分析用。同时作消化空白。

11.2 标准曲线

于 25 mL 比色管中,分别加入 0.00、0.20、0.50、1.00、2.00、3.00 和 4.00 mL 标准应用液(相当于 0.00、0.02、0.05、0.10、0.20、0.30 和 0.40 μ gCr),各加 1.0 mL 5.4 mol/L 硫酸,1 滴百里酚蓝指示剂,以 10 mol/L 氢氧化钠溶液中和。至溶液刚变蓝色,再加 2 滴,混匀。

11.3 测定

于试样和标准系列管中,各加 2.5 mL 氨-氯化铵缓冲液,1.0 mL 1×10^{-3} mol/L α, α' -联吡啶溶液,1.0 mL 6 mol/L 亚硝酸钠溶液,稀释至 25 mL,混匀。在示波极谱仪上,用三电极,阴极化,原点电位 -1.2 V,读取铬极谱峰的二阶导数峰峰高。

12 结果计算

按式(2)计算:

$$X = \frac{A}{m \times V_2/V_1} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X ——试样中铬的含量,单位为毫克每千克(毫克每升)[mg/kg(mg/L)];

A ——测定用试样消化液中铬的含量,单位为微克(μg);

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);

m ——试样质量或体积,单位为克(毫升)[g(mL)]。

13 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 15%。
