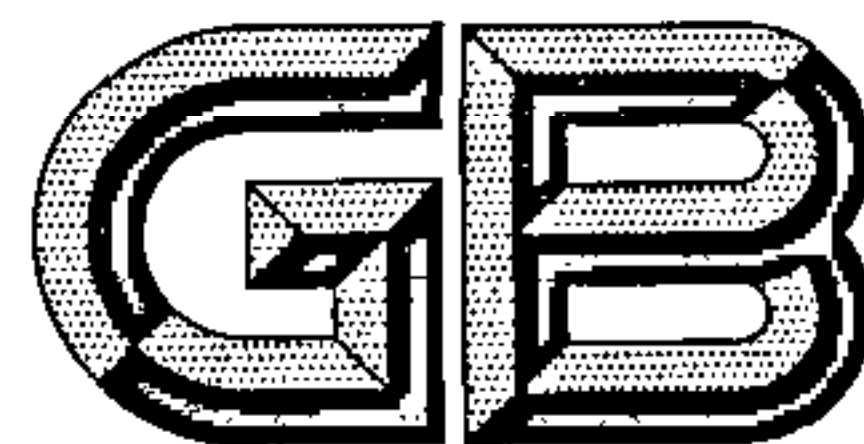




中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.13—2003
代替 GB/T 5009.13—1996

食品中铜的测定

Determination of copper in foods

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准代替 GB/T 5009.13—1996《食品中铜的测定方法》。

本标准与 GB/T 5009.13—1996 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《食品中铜的测定》；
- 按照 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。

本标准第一法由卫生部食品卫生监督检验所、天津市卫生防疫站负责起草。

本标准第二法由天津市卫生防疫站、湖南省卫生防疫站、浙江省卫生防疫站负责起草。

本标准于 1985 年首次发布，于 1996 年第一次修订，本次为第二次修订。

食品中铜的测定

1 范围

本标准规定了食品中铜的测定方法。

本标准适用于食品中铜的测定。

本方法检出限:火焰原子化法为 1.0 mg/kg;石墨炉原子化法为 0.1 mg/kg;比色法为 2.5mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 5009.11—2003 食品中总砷及无机砷的测定

第一法 原子吸收光谱法

3 原理

试样经处理后,导入原子吸收分光光度计中,原子化以后,吸收 324.8 nm 共振线,其吸收值与铜含量成正比,与标准系列比较定量。

4 试剂

4.1 硝酸。

4.2 石油醚。

4.3 硝酸(10%):取 10 mL 硝酸置于适量水中,再稀释至 100 mL。

4.4 硝酸(0.5%):取 0.5 mL 硝酸置于适量水中,再稀释至 100 mL。

4.5 硝酸(1+4)。

4.6 硝酸(4+6):量取 40 mL 硝酸置于适量水中,再稀释至 100 mL。

4.7 铜标准溶液:准确称取 1.000 0 g 金属铜(99.99%),分次加入硝酸(4+6)溶解,总量不超过 37 mL,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。此溶液每毫升相当于 1.0 mg 铜。

4.8 铜标准使用液 I:吸取 10.0 mL 铜标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用 0.5%硝酸溶液稀释至刻度,摇匀,如此多次稀释至每毫升相当于 1.0 μ g 铜。

4.9 铜标准使用液 II:按 4.8 方式,稀释至每毫升相当于 0.10 μ g 铜。

5 仪器

所用玻璃仪器均以硝酸(10%)浸泡 24 h 以上,用水反复冲洗,最后用去离子水冲洗晾干后,方可使用。

5.1 捣碎机。

5.2 马弗炉。

5.3 原子吸收分光光度计。

6 分析步骤

6.1 试样处理

6.1.1 谷类(除去外壳)、茶叶、咖啡等磨碎,过 20 目筛,混匀。蔬菜、水果等试样取可食部分,切碎、捣

成匀浆。称取 1.00 g~5.00 g 试样,置于石英或瓷坩埚中,加 5 mL 硝酸,放置 0.5 h,小火蒸干,继续加热炭化,移入马弗炉中,500℃±25℃灰化 1 h,取出放冷,再加 1 mL 硝酸浸湿灰分,小火蒸干。再移入马弗炉中,500℃灰化 0.5 h,冷却后取出,以 1 mL 硝酸(1+4) 溶解 4 次,移入 10.0 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,备用。

取与消化试样相同量的硝酸,按同一方法做试剂空白试验。

6.1.2 水产类:取可食部分捣成匀浆。称取 1.00 g~5.00 g,以下按 6.1.1 自“置于石英或瓷坩埚中……”起依法操作。

6.1.3 乳、炼乳、乳粉:称取 2.00 g 混匀试样,按 6.1.1 自“置于石英或瓷坩埚中……”起依法操作。

6.1.4 油脂类:称取 2.00 g 混匀试样,固体油脂先加热融成液体,置于 100 mL 分液漏斗中,加 10 mL 石油醚,用硝酸(10%)提取 2 次,每次 5 mL,振摇 1 min,合并硝酸液于 50 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,混匀,备用。并同时作试剂空白试验。

6.1.5 饮料、酒、醋、酱油等液体试样,可直接取样测定,固形物较多时或仪器灵敏不足时,可把上述试样浓缩按 6.1.1 操作。

6.2 测定

6.2.1 吸取 0.0、1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 mL 铜标准使用液 I (1.0 μg/mL),分别置于 10 mL 容量瓶中,加硝酸(0.5%)稀释至刻度,混匀。容量瓶中每毫升分别相当于 0、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00 μg 铜。

将处理后的样液、试剂空白液和各容量瓶中铜标准液分别导入调至最佳条件火焰原子化器进行测定。参考条件:灯电流 3 mA~6 mA,波长 324.8 nm,光谱通带 0.5 nm,空气流量 9 L/min,乙炔流量 2 L/min,灯头高度 6 mm,氘灯背景校正。以铜标准溶液含量和对应吸光度,绘制标准曲线或计算直线回归方程,试样吸收值与曲线比较或代入方程求得含量。

6.2.2 吸取 0、1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0 mL 铜标准使用液 II (0.10 μg/mL)分别置于 10 mL 容量瓶中,加硝酸(0.5%)稀释至刻度,摇匀。容量瓶中每毫升相当于 0、0.01、0.02、0.04、0.06、0.08、0.10 μg 铜。

将处理后的样液、试剂空白液和各容量瓶中铜标准液 10 μL~20 μL 分别导入调至最佳条件石墨炉原子化器进行测定。参考条件:灯电流 3 mA~6 mA,波长 324.8 nm,光谱通带 0.5 nm,保护气体 1.5 L/min(原子化阶段停气)。操作参数:干燥 90℃,20 s;灰化,20 s;升到 800℃,20 s;原子化 2 300℃,4 s。以铜标准溶液 II 系列含量和对应吸光度,绘制标准曲线或计算直线回归方程,试样吸收值与曲线比较或代入方程求得含量。

6.2.3 氯化钠或其他物质干扰时,可在进样前用硝酸铵(1 mg/mL)或磷酸二氢铵稀释或进样后(石墨炉)再加入与试样等量上述物质作为基体改进剂。

7 结果计算

7.1 火焰法

试样中铜的含量按式(1)进行计算。

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

式中:

- X——试样中铜的含量,单位为毫克每千克或毫克每升(mg/kg 或 mg/L);
- A₁——测定用试样中铜的含量,单位为微克每毫升(μg/mL);
- A₂——试剂空白液中铜的含量,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V——试样处理后的总体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量或体积,单位为克或毫升(g 或 mL)。

7.2 石墨炉法

试样中铜的含量按式(2)进行计算。

$$X = \frac{(A_1 - A_2) \times 1\,000}{m \times (V_1/V_2) \times 1\,000} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X ——试样中铜的含量,单位为毫克每千克或毫克每升(mg/kg 或 mg/L);

A_1 ——测定用试样消化液中铜的质量,单位为微克(μg);

A_2 ——试剂空白液中铜的质量,单位为微克(μg);

m ——试样质量(体积),单位为克或毫升(g 或 mL);

V_1 ——试样消化液的总体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——测定用试样消化液体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留两位有效数字,试样含量超过 10 mg/kg 时保留三位有效数字。

8 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 二乙基二硫代氨基甲酸钠法

9 原理

试样经消化后,在碱性溶液中铜离子与二乙基二硫代氨基甲酸钠生成棕黄色络合物,溶于四氯化碳,与标准系列比较定量。

10 试剂

10.1 四氯化碳。

10.2 柠檬酸铵、乙二胺四乙酸二钠溶液:称取 20 g 柠檬酸铵及 5 g 乙二胺四乙酸二钠溶于水中,加水稀释至 100 mL。

10.3 硫酸(1+17):量取 20 mL 硫酸,倒入 300 mL 水中,冷后再加水稀释至 360 mL。

10.4 氨水(1+1)。

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

10.6 铜试剂溶液:二乙基二硫代氨基甲酸钠 $[(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{NOS}_2\text{Na} \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 溶液(1 g/L),必要时可过滤,贮存于冰箱中。

10.7 硝酸(3+8):量取 60 mL 硝酸,加水稀释至 160 mL。

10.8 铜标准溶液:同 4.7。

10.9 铜标准使用液:同 4.8。

11 仪器

分光光度计。

12 分析步骤

12.1 试样消化

同 GB/T 5009.11—2003 中 12.1。

12.2 测定

吸取定容后的 10.0 mL 溶液和同量的试剂空白液,分别置于 125 mL 分液漏斗中,加水稀释至 20 mL。

吸取 0、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50 mL 铜标准使用液(相当 0、5.0、10.0、15.0、20.0、25.0 μg 铜),分别置于 125 mL 分液漏斗中,各加硫酸(1+17)至 20 mL。

于试样消化液、试剂空白液和铜标准液中,各加 5 mL 柠檬酸铵,乙二胺四乙酸二钠溶液和 3 滴酚红指示液,混匀,用氨水(1+1)调至红色。各加 2 mL 铜试剂溶液和 10.0 mL 四氯化碳,剧烈振摇 2 min,静置分层后,四氯化碳层经脱脂棉滤入 2 cm 比色杯中,以四氯化碳调节零点,于波长 440 nm 处测吸光度,标准各点吸光值减去零管吸光值后,绘制标准曲线或计算直线回归方程,试样吸光值与曲线比较,或代入方程求得含量。

13 结果计算

同 7.2。

14 精密度

同第 8 章。
