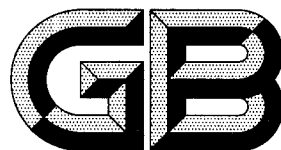


ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 16343—1996

食品中镍的测定

Determination of nickel in foods

1996-06-19发布

1996-09-01实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

镍是人的必需微量元素,但若摄入过多会对人体健康造成危害。我国现已制定了食用氢化油、人造奶油卫生标准。现行标准方法为原子吸收分光光度法、丁二酮肟比色法,其灵敏度低,达不到现行食品卫生标准要求。本次提出了用石墨炉原子吸收分光光度法测定食品中镍。该法灵敏度高、干扰少。为了加强食品卫生监督,制定镍的标准测定方法实属必要。

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准负责起草单位:浙江省医学科学院、卫生部食品卫生监督检验所,参加起草单位:武汉市卫生防疫站、南京铁道医学院、北京市卫生防疫站。

本标准主要起草人:傅逸根、杨惠芬、蒋江虹、蒋兆坤、毛虹。

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。

中华人民共和国国家标准

GB/T 16343—1996

食品中镍的测定

Determination of nickel in foods

1 范围

本标准规定了用石墨炉原子吸收分光光度计测定食品中的镍。

本标准适用于各类食品中镍的测定。

2 原理

样品经消化处理后,导入原子吸收分光光度计石墨炉中,电热原子化后,吸收 232.0 nm 共振线,其吸光度与镍含量成正比,与标准系列比较定量。

3 试剂

要求使用去离子水,优级纯试剂。

3.1 硝酸。

3.2 硝酸(1:1):取 50 mL 硝酸,以水稀释至 100 mL。

3.3 0.5 mol/L 硝酸溶液。

3.4 过氧化氢。

3.5 镍标准储备液:精密称取 1.000 0 g 镍粉(99.99%)溶于 30 mL 硝酸(1+1)加热溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。此溶液每毫升相当于 1.0 mg 镍。

3.6 镍标准使用液:临用时,将镍标准储备液用 0.5 mol/L 硝酸逐级稀释,配成每毫升相当于 200 ng 镍。

4 仪器

4.1 原子吸收分光光度计,附石墨炉及镍空心阴极灯。

4.2 压力消解罐(100 mL 容量)。

4.3 实验室常用设备。

5 试样

5.1 粮食、豆类去杂物、尘土等,碾碎,过 30 目筛,储于聚乙烯瓶中,保存备用。

5.2 新鲜样品经洗净、晾干,取可食部分捣碎混匀,备用。

6 分析步骤

6.1 样品消解

6.1.1 湿法消解

称取干样 0.3~0.5 g 或鲜样 5 g(精密至 0.001 g)于 150 mL 锥型烧瓶中,加 15 mL 硝酸,瓶口加一小漏斗,放置过夜。次日置于铺有砂子的电热板上加热,待激烈反应后,取下稍冷后,缓缓加入 2 mL 过氧化氢,继续加热消解。反复补加过氧化氢和适量硝酸,直至不再产生棕色气体。再加 25 mL 去离子水,煮沸除去多余的硝酸,重复处理两次,待溶液接近 1~2 mL 时取下冷却。将消解液移入 10 mL 容量瓶中,用水分次洗烧瓶,定容至刻度,混匀。同时做空白试验。

6.1.2 高压消解

6.1.2.1 称取粮食、豆类等干样品 0.2~1.0 g(精密至 0.001 g),置于聚四氟乙烯塑料罐内,加 5 mL 硝酸,放置过夜,再加 7 mL 过氧化氢,盖上内盖放入不锈钢外套中,将不锈钢外盖和外套旋紧密封。放入恒温箱,在 120℃ 恒温 2~3 h,至消解完全后,自然冷却至室温。将消解液移至 25 mL 容量瓶中,用少量水多次洗罐,一并移入容量瓶,定容至刻度、摇匀。同时做空白试验,待测。

6.1.2.2 蔬菜、肉类、鱼类及蛋类水分含量高的鲜样,用捣碎机打成匀浆,称取匀浆 2.0~5.0 g(精密至 0.001 g),置于聚四氟乙烯塑料罐内,加盖留缝置 80℃ 鼓风干燥箱或一般烘箱至近干,取出,加 5 mL 硝酸放置过夜,以下按 6.1.2.1“再加 7 mL 过氧化氢”起依法操作。

6.2 标准系列的制备

分别吸取镍标准使用液(200 ng/mL)0, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00 mL 于 10 mL 容量瓶中,用 0.5 mol/L 硝酸稀释至刻度,混匀。

6.3 测定

6.3.1 仪器条件:将原子吸收分光光度计调试到测镍最佳状态。

参考条件:波长 232.0 nm,狭缝 0.15 nm,灯电流 4 mA,干燥 150℃,20 s,灰化 1 050℃,20 s,原子化 2 650℃,4 s,氖灯或塞曼背景校正。

6.3.2 样品测定:将空白液、镍标准系列液和消解好的样液分别注入石墨炉进行测定,进样量 20 μL。

6.4 结果

6.4.1 计算

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

式中: X——样品中镍的含量,μg/kg;

A_1 ——测定样液中镍的含量 ng/mL;

A_2 ——空白液中镍的含量,ng/mL;

V——样品定容体积,mL;

m——样品质量,g。

6.4.2 本方法检出限 1.40 ng/mL;标准曲线线性范围 0~100 ng/mL;方法回收率 86.0%~103.0%;标准参比物牡蛎 SRM1566 质控结果为 1.04±0.065(保证值为 1.03±0.19)。其相对标准偏差小于 10%。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食 品 中 镍 的 测 定
GB/T 16343—1996

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

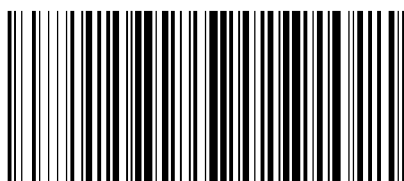
开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 4 千字
1997年3月第一版 1997年3月第一次印刷
印数 1—1 500

*

书号: 155066·1-13539 定价 8.00 元

*

标 目 304—62



GB/T 16343—1996