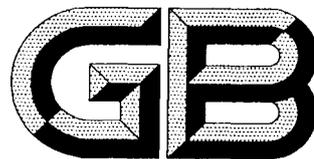


ICS 67.040
X 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 9695.22—2009
代替 GB/T 9695.22—1990

肉与肉制品 铜含量测定

Meat and meat products—Determination of copper content

2009-04-08 发布

2009-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 9695《肉与肉制品》由下列部分组成：

- 第 1 部分：肉与肉制品 游离脂肪含量测定；
- 第 2 部分：肉与肉制品 脂肪酸测定；
- 第 3 部分：肉与肉制品 铁含量测定；
- 第 4 部分：肉与肉制品 总磷含量测定；
- 第 5 部分：肉与肉制品 pH 测定；
- 第 6 部分：肉制品 胭脂红着色剂测定；
- 第 7 部分：肉与肉制品 总脂肪含量测定；
- 第 8 部分：肉与肉制品 氯化物含量测定；
- 第 9 部分：肉与肉制品 聚磷酸盐测定；
- 第 10 部分：肉与肉制品 六六六、滴滴涕残留量测定；
- 第 11 部分：肉与肉制品 氮含量测定；
- 第 13 部分：肉与肉制品 钙含量测定；
- 第 14 部分：肉制品 淀粉含量测定；
- 第 15 部分：肉与肉制品 水分含量测定；
- 第 17 部分：肉与肉制品 葡萄糖酸- δ -内酯含量的测定；
- 第 18 部分：肉与肉制品 总灰分测定；
- 第 19 部分：肉与肉制品 取样方法；
- 第 20 部分：肉与肉制品 锌含量测定；
- 第 21 部分：肉与肉制品 镁含量测定；
- 第 22 部分：肉与肉制品 铜含量测定；
- 第 23 部分：肉与肉制品 羟脯氨酸含量测定；
- 第 24 部分：肉与肉制品 胆固醇含量测定；
- 第 25 部分：肉与肉制品 维生素 PP 含量测定；
- 第 26 部分：肉与肉制品 维生素 A 含量测定；
- 第 27 部分：肉与肉制品 维生素 B₁ 含量测定；
- 第 28 部分：肉与肉制品 维生素 B₂ 含量测定；
- 第 29 部分：肉制品 维生素 C 含量测定；
- 第 30 部分：肉与肉制品 维生素 E 含量测定；
- 第 31 部分：肉制品 总糖含量测定。

本部分为 GB/T 9695 的第 22 部分。

本部分内容参考了 ISO 7952:1994《水果、蔬菜及其制品 铜含量测定 火焰原子吸收光谱法》。

本部分代替 GB/T 9695.22—1990《肉与肉制品 铜含量测定》。

本部分与 GB/T 9695.22—1990 相比主要修改如下：

- 干法灰化的温度由 450 ℃改为 500 ℃；
- 干法灰化的时间由 4 小时改为 2 小时；
- 按照 GB/T 1.1—2000《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写规则》和 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第 4 部分：化学分析方法》对原标准进行了结构调整和文字修改。

GB/T 9695.22—2009

本部分由全国肉禽蛋制品标准化技术委员会提出并归口。

本部分起草单位：中国肉类食品综合研究中心、中国商业联合会商业标准中心、武汉市疾病预防控制中心、江阴市产品质量监督所。

本部分主要起草人：赵榕、郭文萍、王洋、尹燕亭、吴东雷、靳晓蕾、刘振宇。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 9695.22—1990。

肉与肉制品 铜含量测定

1 范围

GB/T 9695 的本部分规定了肉与肉制品中铜含量的测定方法。

本部分适用于肉与肉制品中铜含量的测定。

本方法检出限:0.05 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 9695 的本部分的引用而成为本部分的条款。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部分,然而,鼓励根据本部分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部分。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 9695.19 肉与肉制品 取样方法

3 原理

试样经前处理后制成稀酸溶液,直接导入原子吸收分光光度计中,用空气-乙炔火焰原子化,在 324.8 nm 处测定,其吸光度与铜离子浓度成正比,与标准系列比较测定铜含量。

4 试剂

所用试剂均为优级纯,实验用水应符合 GB/T 6682 的要求。

4.1 盐酸。

4.2 硝酸。

4.3 高氯酸。

4.4 混酸消化液:硝酸+高氯酸=7+1。

4.5 硝酸溶液:硝酸+水=1+1。

4.6 铜标准溶液($c=1\ 000\ \mu\text{g}/\text{mL}$):国家有证标准物质,或按下述方法配制:准确称取 1.000 g 金属铜于烧杯中,分次加入硝酸溶液(4.5)使之溶解,总量不超过 37 mL,转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.7 铜标准中间液($c=100\ \mu\text{g}/\text{mL}$):吸取铜标准溶液(4.6)5.00 mL,用水定容至 50 mL。

4.8 铜标准使用液($c=10\ \mu\text{g}/\text{mL}$):吸取铜标准中间液(4.7)5.00 mL,用水定容至 50 mL。

4.9 硝酸溶液:硝酸+水=1+9。

5 仪器和设备

所有玻璃仪器均以硝酸溶液(4.9)浸泡 2 h 以上,用去离子水冲洗后晾干或烘干,方可使用。

实验室常规设备及下列仪器。

5.1 分析天平:可准确称重至 0.001 g。

5.2 石英坩埚。

5.3 烧杯:高型,300 mL~400 mL。

5.4 机械设备:用于试样的均质。包括:绞肉机、斩拌机等肉类组织粉碎机。

- 5.5 马弗炉:可控温 $500\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.6 干燥箱。
- 5.7 电热板。
- 5.8 原子吸收分光光度计。

6 分析步骤

6.1 试样液制备

6.1.1 试样准备

按 GB/T 9695.19 规定的方法取样。至少取有代表性的试样 200 g,使用适当的机械设备(5.4)将试样均质。均质后的试样尽快分析,否则,应密封低温贮存,防止试样变质或成分发生变化。贮存的试样在启用时,应重新混匀。

6.1.2 试样消化

6.1.2.1 干灰化法

称取 10 g 试样(精确至 0.1 g)放入石英坩埚中,置于 $130\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱中烘 1 h,使试样脱水。将坩埚在可调电炉上缓慢加热,使试样炭化,开始时用小火加热,以防止试样溅出,待大烟冒过后提高温度,使试样完全炭化,直至不冒烟为止。炭化好的试样放入马弗炉中,于 $500\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灰化 2 h。灰化好的试样应是灰白色,若灰分中有黑色碳粒,应取出坩埚,冷却至室温后,加硝酸溶液(4.5)湿润,然后在电热板上烘干后,再置于 $500\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 马弗炉中灰化,直至灰分成灰白色。

灰化好的试样用 1.25 mL 硝酸溶液(4.5)溶解,转移到 25 mL 容量瓶中,用少量水冲洗石英坩埚多次,合并洗液,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试样液,备用。

6.1.2.2 湿消化法

称取 10 g 试样(精确至 0.1g),放入 300 mL~400 mL 高型烧杯中,加入混酸消化液(4.4)20 mL,盖上表面皿于室温下放置过夜,向烧杯内放入 2 粒玻璃珠。再将烧杯置于 $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ 左右的电热板上回流加热 4 h(如果在此消化过程中,溶液变黑,再加入适量混酸消化液,继续在电热板上加热消化,直至溶液成无色或淡黄色清亮溶液),揭去表面皿,继续加热,使试样溶液的最终体积不超过 4 mL。注意控制炉温,以防高氯酸爆炸。冷却后,将试样溶液转移到 25 mL 容量瓶中,用少量水多次洗涤烧杯壁,合并洗液,用水稀释至刻度,混匀备用。

6.2 标准工作液制备

精密吸取铜标准使用液(4.8)0.00 mL,0.50 mL,1.00 mL,1.50 mL,2.00 mL,2.50 mL,分别置于 25 mL 容量瓶中,加 1.25 mL 硝酸溶液(4.5),用水稀释至刻度,混匀,此时容量瓶中溶液的铜浓度分别为 $0.00\text{ }\mu\text{g/mL}$, $0.20\text{ }\mu\text{g/mL}$, $0.40\text{ }\mu\text{g/mL}$, $0.60\text{ }\mu\text{g/mL}$, $0.80\text{ }\mu\text{g/mL}$, $1.00\text{ }\mu\text{g/mL}$ 。

6.3 空白液制备

除不称取试样外,均按 6.1.2 步骤进行操作。

6.4 测定

根据仪器型号,将仪器调至最佳条件,将标准工作液、试样液和空白溶液分别导入空气-乙炔火焰原子吸收分光光度计中,测其吸光度。测定参考条件:灯电流 7.5 mA,狭缝 1.3 nm,空气流量 9.5 L/min,乙炔流量 2.3 L/min,燃烧器高度 7.5 mm。

以标准工作液中铜的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。根据试样液的吸光度,从标准曲线上查出溶液中对应的铜浓度值。

6.5 平行试验

按以上步骤,对同一试样进行平行试验测定。

7 结果计算

按式(1)计算样品中铜的含量:

$$X = \frac{(c - c_0) \times V \times 10^{-3}}{m \times 10^{-3}} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X ——试样中铜的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c ——从标准曲线上查得试样液中铜的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

c_0 ——从标准曲线上查得空白液中铜的浓度,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);

m ——称取试样的质量,单位为克(g)。

结果取算术平均值,保留两位有效数字,样品中铜含量超过 1.0 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 20%。
