

4.4.4 测定

精确吸取 10 mL 试样液、空白液分别置于 25 mL 容量瓶中,以下按照(4.4.3)步骤与标准工作液同时进行。根据试样液的吸光度,从标准曲线上查出溶液中对铁的质量。

4.4.5 平行试验

按以上步骤,对同一试样进行平行试验测定。

4.5 结果计算

按式(2)计算样品中铁的含量:

$$X = \frac{(A - A_0) \times 10^{-3}}{m \times (V_1/V_2) \times 10^{-3}} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X——试样中铁的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A——从标准曲线上查得试样液中铁的质量,单位为微克(μg);

A₀——从标准曲线上查得空白液中铁的质量,单位为微克(μg);

V₁——测定用消化液的体积,单位为毫升(mL);

V₂——样品消化液的总体积,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,保留三位有效数字。

4.5.1 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%。

GB/T 9695.3—2009

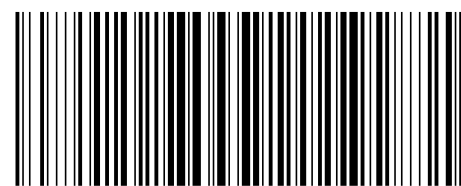


中华人民共和国国家标准

GB/T 9695.3—2009
代替 GB/T 9695.3—1988

肉与肉制品 铁含量测定

Meat and meat products—Determination of iron content



GB/T 9695.3—2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-36980

定价: 14.00 元

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

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

式中：

- X——试样中铁的含量,单位为毫克每千克(mg/kg)；
 - c——从标准曲线上查得试样液中铁的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL)；
 - c₀——从标准曲线上查得空白液中铁的浓度,单位为微克每毫升(μg/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,保留三位有效数字。

3.6 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%。

4 分光光度法

4.1 原理

试样经干法灰化或湿法消化后制成稀酸溶液,用盐酸羟胺将铁(Ⅲ)还原为铁(Ⅱ),铁(Ⅱ)与 1,10-菲啰啉在 pH3~pH9 范围内形成稳定的红色络合物。在 510 nm 处测量吸光度,以标准曲线法计算铁含量。

4.2 试剂

若无特别说明,所用试剂均为分析纯,所用水应符合 GB/T 6682 的要求。

4.2.1 乙醇。

4.2.2 乙醇溶液(20%)：量取 20 mL 乙醇(4.2.1)、80 mL 水,混匀。

4.2.3 1,10-菲啰啉(2.5 g/L)：称取 0.25 g 1,10-菲啰啉,用乙醇溶液(4.2.2)溶解并稀释至 100 mL。

4.2.4 盐酸羟胺(50 g/L)：称取 5.0 g 盐酸羟胺,用水溶解并稀释至 100 mL,临用现配。

4.2.5 酒石酸(100 g/L)：称取 10 g 酒石酸,用水溶解并稀释至 100 mL。

4.2.6 乙酸钠(500 g/L)：称取 50 g 三水合乙酸钠,用水溶解并稀释至 100 mL。

4.3 仪器和设备

所有玻璃仪器均以硝酸溶液(3.2.10)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：

分光光度计。

4.4 分析步骤

4.4.1 试样液制备

4.4.1.1 试样准备

同 3.4.1.1。

4.4.1.2 试样灰化

同 3.4.1.2.1。

4.4.2 空白液制备

除不称取试样外,均按 3.4.1.2.1 步骤进行操作。

4.4.3 标准工作曲线的绘制

精确吸取铁标准使用液(3.2.9)0.00 mL,1.00 mL,2.00 mL,3.00 mL,4.00 mL,5.00 mL,分别置于 25 mL 容量瓶中,加 2.5 mL 盐酸羟胺溶液,摇匀。放置 10 min 后,加 1 mL 酒石酸溶液、2.5 mL 乙酸钠、5 mL 1,10-菲啰啉,用水稀释至刻度,摇匀。此时容量瓶中溶液铁的浓度分别为：0.00 μg/mL,0.40 μg/mL,0.80 μg/mL,1.20 μg/mL,1.60 μg/mL,2.00 μg/mL。在 510 nm 处测定其吸光度,以标准工作液中铁的质量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

中华人民共和国
国家标准
肉与肉制品 铁含量测定
GB/T 9695.3—2009

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码：100045
网址 www.spc.net.cn
电话：68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字
2009 年 5 月第一版 2009 年 5 月第一次印刷
*
书号：155066·1-36980 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533

- 3.3.5 干燥箱。
3.3.6 电热板。
3.3.7 原子吸收分光光度计。

3.4 分析步骤

3.4.1 试样液制备

3.4.1.1 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(3.3.5)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。

3.4.1.2 试样消化

3.4.1.2.1 干灰化法

称取 1 g~2 g 试样(精确至 0.001 g)放入石英坩埚中,置于 130 °C±10 °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 550 °C±20 °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(3.2.5)湿润,然后在电热板上烘干后,再置于 550 °C±20 °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(3.2.5)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。

3.4.1.2.2 湿消化法

称取 1 g~2 g 试样(精确至 0.001 g),放入 100 mL 锥形瓶中,加入混酸消化液(3.2.4)20 mL,放入 2 粒玻璃珠,盖上小漏斗,静置过夜。样品在可调电炉上低温缓慢加热,以防产生大量泡沫和喷溅,消化至溶液颜色变浅,并有大量白烟时,将电炉关闭,用余温继续加热。当溶液出现淡黄、微绿接近无色时,从电炉上取下。若消化过程中溶液颜色变黑,应立即停止加热,冷却后补加适量混酸消化液,按原步骤操作直至消化完全。用 10 mL 蒸馏水冲洗小漏斗及锥形瓶内壁,将锥形瓶置于 150 °C 电热板上蒸发至锥形瓶中液体接近 2 mL~3 mL,取下冷却至室温。将样品转移至 25 mL 容量瓶中,用少量水多次洗涤锥形瓶,洗液合并倒入容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试样液,备用。

3.4.2 标准工作液制备

精密吸取铁标准使用液(3.2.9)0.00 mL,1.00 mL,2.00 mL,3.00 mL,4.00 mL,5.00 mL,分别置于 25 mL 容量瓶中,加 1.25 mL 硝酸溶液(3.2.5),用水稀释至刻度,混匀,此时容量瓶中溶液的铁浓度分别为 0.00 μg/mL,0.40 μg/mL,0.80 μg/mL,1.20 μg/mL,1.60 μg/mL,2.00 μg/mL。

3.4.3 空白液制备

除不称取试样外,均按 3.4.1.2 步骤进行操作。

3.4.4 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 15.0 mA,波长 248.3 nm,狭缝 0.2 nm,空气流量 9.5 L/min,乙炔流量 3 L/min,燃烧器高度 7.5 mm。

以标准工作液中铁的浓度为横坐标,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铁浓度值。

3.4.5 平行试验

按以上步骤,对同一试样进行平行试验测定。

3.5 结果计算

按式(1)计算样品中铁的含量:

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 3 部分。

本部分的内容参考了 ISO 5517:1978《水果、蔬菜及其制品 铁含量测定 1,10-菲啰啉光度法》和 ISO 9526:1990《水果、蔬菜及其制品 铁含量测定 火焰原子吸收光谱法》。

本部分代替 GB/T 9695.3—1988《肉与肉制品 铁含量测定》。

本部分与 GB/T 9695.3—1988 相比主要修改如下:

- 样品前处理步骤增加了湿法消化;
- 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