

中华人民共和国国家标准

GB/T 31576—2015

GB/T 31576—2015

动植物油脂 铜、铁和镍的测定 石墨炉原子吸收法

Animal and vegetable fats and oils—
Determination of copper, iron and nickel contents—
Graphite furnace atomic absorption method

(ISO 8294:1994, MOD)

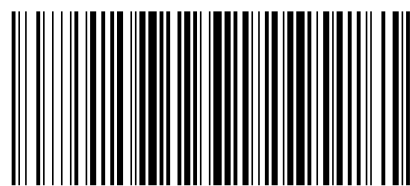
中华人民共和国
国家标准
动植物油脂 铜、铁和镍的测定
石墨炉原子吸收法
GB/T 31576—2015

*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
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 0.75 字数 11 千字
2015年5月第一版 2015年5月第一次印刷

*
书号: 155066·1-50502 定价 16.00 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)68510107



GB/T 31576—2015

2015-05-15 发布

2015-11-28 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

参 考 文 献

- [1] ISO 5555:1991, Animal and vegetable fats and oils-Sampling.
[2] ISO 5725:1986, Precision of test methods-Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests.
-

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准修改采用 ISO 8294:1994《动植物油脂 铜、铁和镍的测定 石墨炉原子吸收法》(英文版)。

本标准的主要技术内容与 ISO 8294:1994 一致,但做了下列修改:

——关于规范性引用文件,本标准做了具有技术性差异的调整,反映在第 2 章“规范性引用文件”中,具体调整如下:

- 用等同采用国际标准的 GB/T 6682,代替了 ISO 3696;
- 用等同采用国际标准的 GB/T 15687,代替了 ISO 661。

——增加了也可用氯化铈作为铈溶液的表述(见 4.5)。

——重新组织了第 11 章的结构与内容。

本标准由国家粮食局提出。

本标准由全国粮油标准化技术委员会(SAC/TC 270)归口。

本标准起草单位:国家粮食局科学研究院、中纺粮油进出口有限公司、南京财经大学、河北省粮油质量检测中心。

本标准起草人:薛雅琳、凌家焯、张玉玺、慕容政、张艳、周明慧、袁建、张东、马榕、裴瑞丽。

8.3.4.2 40 ℃条件下为固态的样品

在表1所述步骤1和步骤2前,增加下述升温程序:保持时间20 s;温度60℃;管内气流,0 mL/min。启动升温程序。在步骤1中,将20 μL 预处理的试样(8.2)注入石墨炉,将进样器管尖停留在进样口,待脂肪变为液态后进样并记录吸光度。

8.3.5 绘制标准曲线

以空白(8.3.2)校正(标准工作溶液的吸光度减去稀释用油的吸光度)后每种金属元素的标准工作溶液(8.3.3)的吸光度对应其元素含量(mg/kg)绘制标准曲线。

注11:可用具有自动绘制标准曲线功能的仪器。

9 结果表示

9.1 在记录纸上量取每份试样的峰高或记录其在显示器或打印机上的读数。

9.2 使用相应的标准曲线,根据稀释度计算样品中金属元素的含量。

10 精密度

1984年,国际理论和应用化学联合会(IUPAC)按照ISO 5725的要求,组织开展了国际性实验室验证试验,验证了本方法的精密度。

32个实验室参与此验证试验并测试了大豆油、花生油和可可脂样品。铜、铁元素的含量测试均用液态和固态两类样品,但未对可可脂中的镍进行检测,因为其似乎不存在镍元素。

由95%概率水平下的数值获得重复性限和再现性限。

10.1 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用同一设备,按相同的测试方法,在短时间内对同一试样进行的两次独立测试结果的绝对差值,应不大于表2中给定的 r 值。若差值大于计算的 r 值,应重复以上测定。

表2 重复性限值(r)

单位为毫克每千克

| 元素名称 | 含量 | 样品名称 | r |
|------|------|------|------------|
| 铜 | <0.2 | 油脂 | 0.010+0.14 |
| | | 脂肪 | 0.008+0.11 |
| 铁 | <1.0 | 油脂 | 0.077+0.08 |
| | | 脂肪 | 0.026+0.20 |
| 镍 | <1.0 | 油脂 | 0.056+0.13 |

注:为两次测定结果的平均值,以mg/kg计。

10.2 再现性

在不同实验室,由不同操作者使用不同设备,按相同的测试方法,对同一试样进行两次独立测试,获得的两个独立测试结果的绝对差值,应不大于表3中给定的 R 值。

动植物油脂 铜、铁和镍的测定 石墨炉原子吸收法

1 范围

本标准适用于未精炼和精炼的食用油脂中微量铜、铁和镍的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1995,IDT)

GB/T 15687 动植物油脂 试样的制备(GB/T 15687—2008,ISO 661:2003,IDT)

3 原理

油脂经前处理后,取适量于石墨炉原子化器中原子化,在选定的仪器参数及设定的最佳波长下测定其吸光度,以相应的有机金属元素化合物的标准溶液进行校准,计算油脂中金属元素的含量。

4 试剂

除非另有说明,本标准所用试剂均为分析纯。水应符合GB/T 6682中二级水的规定。

4.1 氧化铝:分析纯。

注1:推荐使用Merck公司(D-1600 Darmstadt,德国)的氧化铝(Quality No.1077)。

4.2 稀释用油:在环境温度下呈液态的精炼食用油,储存于不含金属成分的聚乙烯或聚丙烯瓶中(5.1)。油中铜含量应低于3 μg/kg;铁含量应低于5 μg/kg;镍含量应低于5 μg/kg。

注2:稀释用油可按照下列步骤进行制备:按1 kg油加3 L石油醚(沸程40℃~60℃)的比例将油溶于石油醚。用两倍于欲纯化油质量的氧化铝(在150℃下活化14 h)制备一根氧化铝柱(直径:高度=1:10)。将油溶液上柱,并以相当于溶解油脂所用石油醚5/3倍体积的石油醚进行洗脱。在氮气流(2 L/min~5 L/min)保护下于热水浴上蒸除洗脱液中的石油醚,最后残留的少量石油醚以减压蒸馏法除尽。

4.3 标准储备液:用稀释用油(4.2)稀释有机金属标准物质制备成标准储备液,其金属元素含量分别为:Cu为2 mg/kg;Fe为10 mg/kg;Ni为10 mg/kg。

注3:标准物质可购于大陆油脂公司(Ponca city, Oklahoma, 美国)(5 000 mg/kg)或Merck(D-1600 Darmstadt, 德国)(1 000 mg/kg)。

4.4 标准工作溶液:用稀释用油(4.2)将标准储备液(4.3)配制成标准工作液。临用时现配。标准工作液浓度如下:

Cu ——0.05 mg/kg, 0.1 mg/kg 和 0.2 mg/kg;

Fe ——0.25 mg/kg, 0.5 mg/kg 和 1.0 mg/kg;

Ni ——0.25 mg/kg, 0.5 mg/kg 和 1.0 mg/kg。