

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.94—2003
代替 GB/T 13108—1991

植物性食品中稀土的测定

Determination of rare earths in vegetable 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 13108—1991《植物性食品中稀土的测定方法》。

本标准与 GB/T 13108—1991 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《植物性食品中稀土的测定》；

——按 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。

本标准由卫生部食品卫生监督检验所负责起草，湖南省卫生防疫站、辽宁省食品卫生监督检验所、上海市食品卫生监督检验所、福建省卫生防疫站、福州市卫生防疫站参加起草。

本标准主要起草人：苏德昭、王淮州。

原标准于 1991 年首次发布，本次为第一次修订。

植物性食品中稀土的测定

1 范围

本标准规定了用分光光度三波长法测定稀土的方法。

本标准适用于谷类粮食、蔬菜、水果中稀土的测定。

本方法检出限 $0.1 \mu\text{g}$ (5 g 试样)。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

2.1

稀土 (rare earth)

周期表第Ⅲ类副族元素钪、钇及镧系元素的总称。

3 原理

稀土元素与偶氮胂Ⅲ、偶氮胂 K 混合络合试剂、二苯胍络合组成多元络合物,在 pH3.3 时,用三波长方法于 $\lambda_1=680 \text{ nm}$, $\lambda_2=660 \text{ nm}$, $\lambda_3=640 \text{ nm}$ 波长处测出相应对光吸收值 A ,按计算式求出 $\Delta A=A_2 - \frac{A_1+A_3}{2}$ 的值,并与对应的标准系列比较定量。

4 试剂

4.1 盐酸。

4.2 硫酸。

4.3 硝酸。

4.4 30%过氧化氢。

4.5 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=6 \text{ mol/L}$ 。量取 100 mL 盐酸(4.1),用水稀释至 200 mL。

4.6 硫酸溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=6 \text{ mol/L}$ 。量取 50 mL 硫酸(4.2),缓缓倒入 200 mL 水中,冷却后加水至 300 mL。

4.7 硫酸溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=3 \text{ mol/L}$ 。取 100 mL 6 mol/L 硫酸液(4.6)加水稀释至 200 mL。

4.8 一氯乙酸-氨缓冲液:用 36 mL 浓氨水倒入 900 mL 水中,缓缓加入 50 g 一氯乙酸,溶解后放置 15 min, pH 计上调节至 pH 3.3,加水至 1 000 mL。

4.9 磺基水杨酸溶液(100 g/L):称取 10 g 磺基水杨酸,加 80 mL 水溶解,用固体氢氧化钠调节 pH 值近 3.3(约需 20 粒~30 粒),再用 1+1 的氨水或盐酸调至 pH3.3,加水稀释至 100 mL。

4.10 抗坏血酸溶液(50 g/L):称取 5 g 抗坏血酸,用 90 mL 水溶解后,用 1+1 的氨水或盐酸调节至 pH 3.3,加水稀释至 100 mL,临用时配制。

4.11 二苯胍乙醇液(150 g/L):称取 15 g 二苯胍,用 5 mL 水湿润,加盐酸溶液(4.5) 15 mL,不断搅拌下加入 60 mL 乙醇,溶解后用 1+1 的氨水或盐酸调节至 pH 3.3 左右,并用乙醇补足至 100 mL,最后溶液应透明,不得有沉淀或乳浊状物。

4.12 偶氮胂Ⅲ-偶氮胂 K 混合络合试剂(以下简称Ⅲ K 试剂):量取 0.5 g/L 的偶氮胂Ⅲ水溶液和 0.5 g/L 偶氮胂 K 水溶液,以 1+1 的体积比混合。

4.13 稀土标准溶液:准确称取干燥的 La_2O_3 、 CeO_2 、 Pr_6O_{11} 、 Nd_2O_3 、 Sm_2O_3 (99.5% 以上含量)各