中华人民共和国国家标准

GB/T 14962—94

食品中铬的测定方法

Method for determination of chromium in foods

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用原子吸收石墨炉法和示波极谱法测定食品中总铬的含量。

本标准适用于各类食品中总铬的含量测定。本标准最低检出限：石墨炉法为 0.2 ng/mL；示波极谱法为 1 ng/mL。

2 第一法 原子吸收石墨炉法

2.1 原理

样品经消解后，用去离子水溶解，并定容到一定体积。吸取适量样液于石墨炉原子化器中原子化，在选定的仪器参数下，铬吸收波长为 357.9 nm 的共振线，其吸光度与铬含量成正比。

2.2 试剂

试剂规格需用优级纯试剂，水均需用去离子水，其比电阻在 $8\times10^5\ \Omega$ 以上。

2.2.1 硝酸。

2.2.2 高氯酸。

2.2.3 过氧化氢。

2.2.4 1.0 mol/L 硝酸溶液。

2.2.5 铬标准溶液 称取优级纯重铬酸钾(110℃烘干 2 h)1.413 5 g 溶于水中，定容于容量瓶至 500 mL，此溶液含铬 1.0 mg/mL，为标准储备液。临用时，将标准储备液用 1.0 mol/L 硝酸稀释，配成含铬 100 ng/mL 的标准使用液。

2.3 仪器

所用玻璃仪器及高压消解罐的聚氟乙烯内筒均需在每次使用前用热1∶1盐酸浸泡 1 h，用热的1∶1硝酸浸泡 1 h，再用去离子水冲洗干净后使用。

2.3.1 原子吸收分光光度计 带石墨炉及铬空心阴极灯。

2.3.2 高温炉。

2.3.3 高压消解罐。

2.3.4 恒温电烤箱。

2.4 操作方法

2.4.1 样品的预处理

2.4.1.1 粮食、干豆类去壳去杂物，粉碎，过 20 目筛，储于塑料瓶中保存备用。

2.4.1.2 蔬菜、水果等洗净晾干，取可食部分捣碎、备用。

2.4.1.3 肉、鱼等用水洗净，取可食部分捣碎、备用。

2.4.2 样品的消解(根据实验室条件可选用以下任何一种方法消解)

2.4.2.1 干式消解法

中华人民共和国卫生部1994-03-18批准 1994-09-01实施

称取食物样品 0.5～1.0 g 于瓷坩埚中，加入 1～2 mL 优级纯硝酸，浸泡 1 h 以上，将坩埚置于电热板上，小心蒸干，炭化至不冒烟为止，转移至高温炉中，550℃恒温 2 h，取出、冷却后，加数滴浓硝酸于坩埚内的样品灰中，再转入 550℃高温炉中，继续灰化 1～2 h，到样品呈白灰状，从高温炉中取出放冷后，用 1%硝酸溶解样品灰，将溶液定量移入 5 或 10 mL 容量瓶中，定容后充分混匀，即为试液。

同时，按上述方法作空白对照。

2.4.2.2 高压消解罐消解法

取试样 0.300～0.500 g，于具有聚四氟乙烯内筒的高压消解罐中。加入 1.0 mL 硝酸、4.0 mL 过氧化氢液，轻轻摇匀，盖紧消解罐的上盖，放入恒温箱中，从温度升高至 140℃时开始记时，保持恒温 1 h，同时做试剂空白。取出消解罐待自然冷却后打开上盖，将消解液移入 10 mL 容量瓶中，将消解罐用水洗净。合并洗液于容量瓶中。用水稀释至刻度、混匀，即为试液。

2.4.3 标准系列的制备

分别吸取铬标准使用液(1 mL＝100 ngCr)0、0.10、0.30、0.50、0.70、1.00、1.50 mL 于 10 mL 容量瓶中，用 1.0 mol/L 硝酸稀释至刻度，混匀。

2.4.4 测定

2.4.4.1 仪器测试条件

应根据各自仪器性能调至最佳状态。

参考条件：波长 357.9 nm；干燥 110℃，40 s；灰化 1 000℃，30 s；原子化 2 800℃，5 s。

背景校正：塞曼效应或氘灯。

2.4.4.2 测定

将原子吸收分光光度计调试到最佳状态后，将与样品含铬量相当的标准系列及样液进行测定，进样量为 20 μL，对有干扰的样品应注入与样液同量的 2%磷酸铵溶液(标准系列亦然)。

2.5 分析结果的计算

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

式中：X——样品中铬的含量，μg/kg；

A_1——样品溶液中铬的浓度，ng/mL；

A_2——试剂空白液中铬的浓度，ng/mL；

V——样品消化液定容体积，mL；

m——取试样量，g。

2.6 精密度

变异系数小于 10%。

3 第二法 示波极谱法

3.1 原理

样品经硫酸-过氧化氢处理后，铬(Ⅵ)在氨-氯化铵缓冲液中，有 α，α′-联吡啶和亚硝酸钠存在下，于－1.4 V 左右产生灵敏的极谱波，极谱波峰电流大小与铬含量成正比，与标准系列比较定量。

3.2 试剂

3.2.1 铬标准溶液

3.2.1.1 储备液

精确称取 1.414 5 g 于 110℃干燥的优级纯重铬酸钾($K_2Cr_2O_7$)溶于水中，稀释至 500 mL，混匀，此

液 1 mL 约含 1.0 mgCr(Ⅵ)。

3.2.1.2 应用液

吸取储备液逐级稀释成 1 mL 约含 0.1 μgCr(Ⅵ)的应用液。

3.2.2 硫酸(GR)和 5.4 mol/L 硫酸。

3.2.3 过氧化氢(AR)。

3.2.4 0.1%百里酚蓝指示剂 称取 0.1 g 百里酚蓝,用 20%乙醇溶解并稀释至 100 mL,混匀。

3.2.5 1 mol/L 氢氧化钠溶液。

3.2.6 氨-氯化铵缓冲液

称取 53.5 g 氯化铵(AR)溶于水中,加入 7.2 mL 氨水(AR),加水稀释至 250 mL,混匀。

3.2.7 α,α′-联吡啶溶液

3.2.7.1 1×10^{-2} mol/Lα,α′-联吡啶溶液

称取 0.157 g α,α′-联吡啶(AR)溶于水中,稀释至 100 mL,放冰箱中可长期保存。

3.2.7.2 1×10^{-3} mol/Lα,α′-联吡啶溶液

吸取 10.0 mL 1×10^{-2} mol/Lα,α′-联吡啶溶液,加水稀释至 100 mL,混匀。

3.2.8 6 mol/L 亚硝酸钠溶液

称取 41.4 g 亚硝酸钠(AR)溶于水中,加水稀释至 100 mL,混匀,冰箱中保存。

3.3 仪器

3.3.1 JP-2 示波极谱仪或类似仪器。

3.3.2 KT-1 调压控温电热板。

3.4 操作方法

3.4.1 样品处理

准确称取 1～2 g 代表性样品,于 150 mL 三角瓶中,加入 3.0 mL 硫酸,20～30 mL 过氧化氢,放电热板上于 160～200℃加热消化,至得到无色透明溶液(必要时,可补加过氧化氢)。继续加热至过氧化氢完全分解,瓶内出现 SO_3 烟雾,取下放冷。加 10 mL 水,2 滴百里酚蓝指示剂,以 10 mol/L 氢氧化钠中和,至溶液刚变蓝色,再加 20 滴,加 2 mL 过氧化氢,于电热板上在 160～200℃下加热溶液,待大部分过氧化氢分解后,滴加 10 滴 0.5%碘化钾溶液,继续加热至过氧化氢完全分解,取下放冷。以水转入50 mL 容量瓶中,定容至刻度,取此液 5.0 mL 于 25 mL 比色管中供分析用。同时作消化空白。

3.4.2 标准系列

于 25 mL 比色管中,分别加入 0.00、0.20、0.50、1.00、2.00、3.00 和 4.00 mL 标准应用液(相当于 0.00、0.02、0.05、0.10、0.20、0.30 和 0.40 μgCr),各加 1.0 mL 5.4mol/L 硫酸,1 滴百里酚蓝指示剂,以 10 mol/L 氢氧化钠溶液中和,至溶液刚变蓝色,再加 2 滴,混匀。

3.4.3 测定

于样品和标准系列管中,各加 2.5 mL 氨-氯化铵缓冲液,1.0 mL 1×10^{-3} mol/L α,α′-联吡啶溶液,1.0 mL 6 mol/L 亚硝酸钠溶液,稀释至 25 mL,混匀。在 JP-2 示波极谱仪上,用三电极,阴极化,原点电位－1.2 V,读取铬极谱峰的二阶导数峰峰高。

3.5 计算

$$X=\frac{A}{m\times V_2/V_1} \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中:X——样品中铬的含量,mg/kg 或 mg/L;

A——测定用样品消化液中铬的含量,μg;

V_1——样品消化液的总体积,mL;

V_2——测定用消化液的体积，mL；

m——样品质量或体积，g 或 mL。

3.6 精密度

变异系数为 15%以下。

附加说明：

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准第一法由河北省卫生防疫站、河南省食品卫生监督检验所、华西医科大学、南京铁道医学院负责起草；第二法由华西医科大学、中国预防医学科学院营养与食品卫生研究所负责起草。

本标准主要起草人第一法为张欣棉、王淮州、李发生、田永碧、蒋兆坤；第二法为王光建、田永碧、王淮州。

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。