



中华人民共和国国家标准

GB 5413.21—2010

食品安全国家标准

婴幼儿食品和乳品中钙、铁、锌、钠、钾、 镁、铜和锰的测定

National food safety standard

Determination of calcium, iron, zinc, sodium, potassium, magnesium, copper and manganese in foods for infants and young children, milk and milk products

2010-03-26 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

本标准代替GB/T 5413.21-1997《婴幼儿配方食品和乳粉 钙、铁、锌、钠、钾、镁、铜、和锰的测定》。

本标准与GB/T 5413.21-1997相比，主要变化如下：

- 第一法中增加了可以直接购买有证标准溶液；
- 第一法中修改了标准储备液及标准工作液的配制浓度；
- 第一法中修改了试样处理稀释步骤；
- 增加了第二法电感耦合等离子体原子发射光谱测定方法。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 5413-1985、GB/T 5413.21-1997。

食品安全国家标准

婴幼儿食品和乳品中钙、铁、锌、钠、钾、镁、铜和锰的测定

1 范围

本标准规定了婴幼儿食品和乳品中钾、钠、钙、镁、锌、铁、铜和锰的测定方法。
本标准适用于婴幼儿食品和乳品中钾、钠、钙、镁、锌、铁、铜和锰的测定。

2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

第一法 火焰原子吸收分光光度法

3 原理

试样经干法灰化，分解有机质后，加酸使灰分中的无机离子全部溶解，直接吸入空气—乙炔火焰中原子化，并在光路中分别测定钙、铁、锌、钠、钾、镁、铜和锰原子对特定波长谱线的吸收。测定钙、镁时，需用镧作释放剂，以消除磷酸干扰。

4 试剂和材料

除非另有规定，本方法所用试剂均为优级纯，水为 GB/T 6682 规定的二级水。

- 4.1 盐酸。
- 4.2 硝酸（ HNO_3 ）。
- 4.3 氧化镧（ La_2O_3 ）。
- 4.4 氯化钾：分子量74.55，光谱纯。
- 4.5 氯化钠：分子量58.44，光谱纯。
- 4.6 碳酸钙：分子量100.05，光谱纯。
- 4.7 纯镁：光谱纯。
- 4.8 纯锌：光谱纯。
- 4.9 铁粉：光谱纯。
- 4.10 金属铜：光谱纯。
- 4.11 金属锰：光谱纯。
- 4.12 盐酸 A（2%）：取 2mL 盐酸（4.1），用水稀释至 100 mL。

4.13 盐酸 B (20%)：取 20 mL 盐酸 (4.1)，用水稀释至 100 mL。

4.14 硝酸溶液 (50%)：取 50 mL 硝酸 (4.2)，用水稀释至 100 mL。

4.15 镧溶液 (50 g/L)：称取 29.32 g 氧化镧 (4.3)，用 25 mL 去离子水湿润后，缓慢添加 125 mL 盐酸 (4.1) 使氧化镧溶解后，用去离子水稀释至 500 mL。

4.16 钾标准溶液 (1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$)：称取干燥的氯化钾 (4.4) 1.9067 g，用盐酸 A (4.12) 溶解，并定容于 1000 mL 容量瓶中。

可以直接购买该元素的有证国家标准物质作为标准溶液。

4.17 钠标准溶液 (1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$)：称取干燥的氯化钠 (4.5) 2.5420 g，用盐酸 A (4.12) 溶解，并定容于 1000 mL 容量瓶中。

可以直接购买该元素的有证国家标准物质作为标准溶液。

4.18 钙标准溶液 (1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$)：称取干燥的碳酸钙 (4.6) 2.4963 g，用盐酸 B (4.13) 100 mL 溶解，并用水定容于 1000 mL 容量瓶中。

可以直接购买该元素的有证国家标准物质作为标准溶液。

4.19 镁标准溶液 (1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$)：称取纯镁 (4.7) 1.0000 g，用硝酸 (4.14) 40 mL 溶解，并用水定容于 1000 mL 容量瓶中。

可以直接购买该元素的有证国家标准物质作为标准溶液。

4.20 锌标准溶液 (1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$)：称取金属锌 (4.8) 1.0000 g，用硝酸 (4.14) 40 mL 溶解，并用水定容于 1000 mL 容量瓶中。

可以直接购买该元素的有证国家标准物质作为标准溶液。

4.21 铁标准溶液 (1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$)：称取金属铁粉 (4.9) 1.0000 g，用硝酸 (4.14) 40 mL 溶解，并用水定容于 1000 mL 容量瓶中。

可以直接购买该元素的有证国家标准物质作为标准溶液。

4.22 铜标准溶液 (1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$)：称取金属铜 (4.10) 1.0000 g，用硝酸 (4.14) 40 mL 溶解，并用水定容于 1000 mL 容量瓶中。

可以直接购买该元素的有证国家标准物质作为标准溶液。

4.23 锰标准溶液 (1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$)：称取金属锰 (4.11) 1.0000 g，用硝酸 (4.14) 40 mL 溶解，并用水定容于 1000 mL 容量瓶中。

可以直接购买该元素的有证国家标准物质作为标准溶液。

4.24 各元素的标准储备液

钙、铁、锌、钠、钾、镁标准储备液：分别准确吸取钙标准溶液 (4.18) 10.0 mL、铁标准溶液 (4.21) 10.0 mL、锌标准溶液 (4.20) 10.0 mL、钠标准溶液 (4.17) 5.0 mL、钾标准溶液 (4.16) 10.0 mL、镁标准溶液 (4.19) 1.0 mL，用盐酸 A (4.12) 分别定容到 100 mL 石英容量瓶中，得到上述各元素的标准储备液。质量浓度分别为：钙、铁、锌、钾：100.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；钠：50.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；镁：10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

锰、铜标准储备液：准确吸取锰标准溶液（4.23）10.0 mL，用盐酸 A（4.12）定容到 100 mL，再从定容后溶液中准确吸取 4.0 mL，用盐酸 A（4.12）定容到 100 mL，得到锰标准储备液。准确吸取铜标准溶液（4.22）10.0 mL，用盐酸 A（4.12）定容到 100 mL，再从定容后溶液中准确吸取 6.0 mL，用盐酸 A（4.12）定容到 100 mL，得到铜标准储备液。质量浓度分别为：锰：4.0 μg/mL；铜：6.0 μg/mL。

5 仪器和设备

- 5.1 原子吸收分光光度计。
- 5.2 钙、铁、锌、钠、钾、镁、铜、锰空心阴极灯。
- 5.3 分析用钢瓶乙炔气和空气压缩机。
- 5.4 石英坩埚或瓷坩埚。
- 5.5 马弗炉。
- 5.6 天平：感量为 0.1 mg。

6 分析步骤

6.1 试样处理

称取混合均匀的固体试样约 5 g 或液体试样约 15 g（精确到 0.0001 g）于坩埚（5.4）中，在电炉上微火炭化至不再冒烟，再移入马弗炉（5.5）中，490 °C±5 °C 灰化约 5 h。如果有黑色炭粒，冷却后，则滴加少许硝酸溶液（4.14）湿润。在电炉上小火蒸干后，再移入 490 °C 高温炉中继续灰化成白色灰烬。冷却至室温后取出，加入 5 mL 盐酸 B（4.13），在电炉上加热使灰烬充分溶解。冷却至室温后，移入 50 mL 容量瓶中，用水定容，同时处理至少两个空白试样。

6.2 试样待测液的制备

6.2.1 钙、镁待测液

从 50 mL 的试液（6.1）中准确吸取 1.0 mL 到 100 mL 容量瓶中，加 2.0 mL 镧溶液（4.15），用水定容。同样方法处理空白试液。

6.2.2 钠待测液

从 50 mL 的试液（6.1）中准确吸取 1.0 mL 到 100 mL 容量瓶中，用盐酸 A（4.12）定容。同样方法处理空白试液。

6.2.3 钾待测液

从 50 mL 的试液（6.1）中准确吸取 0.5 mL 到 100 mL 容量瓶中，用盐酸 A（4.12）定容。同样方法处理空白试液。

6.2.4 铁、锌、锰、铜待测液

用 50 mL 的试液（6.1）直接上机测定。同时测定空白试液（6.1）。

6.2.5 为保证试样待测试液浓度在标准曲线线性范围内，可以适当调整试液定容体积和稀释倍数。

6.3 测定

6.3.1 标准曲线的制备

6.3.1.1 标准系列使用液的配制

按表 1 给出的体积分别准确吸取各元素的标准储备液于 100 mL 容量瓶中，配制铁、锌、钠、钾、

锰、铜使用液，用盐酸 A（4.12）定容。配制钙镁使用液时，在准确吸取标准储备液的同时吸取 2.0 mL 镧溶液（4.15）于各容量瓶，用水定容。此为各元素不同浓度的标准使用液，其质量浓度见表 2。

表 1 配制标准系列使用液所吸取各元素标准储备液的体积

序号	K (mL)	Ca (mL)	Na (mL)	Mg (mL)	Zn (mL)	Fe (mL)	Cu (mL)	Mn (mL)
1	1.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0	2.0
2	2.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0	4.0
3	3.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0	6.0
4	4.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0	8.0
5	5.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0	10.0

表 2 各元素标准系列使用液浓度

序号	K ($\mu\text{g/mL}$)	Ca ($\mu\text{g/mL}$)	Na ($\mu\text{g/mL}$)	Mg ($\mu\text{g/mL}$)	Zn ($\mu\text{g/mL}$)	Fe ($\mu\text{g/mL}$)	Cu ($\mu\text{g/mL}$)	Mn ($\mu\text{g/mL}$)
1	1.0	2.0	1.0	0.2	2.0	2.0	0.12	0.08
2	2.0	4.0	2.0	0.4	4.0	4.0	0.24	0.16
3	3.0	6.0	3.0	0.6	6.0	6.0	0.36	0.24
4	4.0	8.0	4.0	0.8	8.0	8.0	0.48	0.32
5	5.0	10.0	5.0	1.0	10.0	10.0	0.60	0.40

6.3.1.2 标准曲线的绘制

按照仪器说明书将仪器工作条件调整到测定各元素的佳状态，选用灵敏吸收线 K 766.5 nm、Ca 422.7 nm、Na 589.0 nm、Mg 285.2 nm、Fe 248.3 nm、Cu 324.8 nm、Mn 279.5 nm、Zn 213.9 nm 将仪器调整好预热后，测定铁、锌、钠、钾、铜、锰时用毛细管吸喷盐酸 A（4.12）调零。测定钙镁时先吸取镧溶液（4.15）2.0 mL，用水定容到 100 mL，并用毛细管吸喷该溶液调零。分别测定各元素标准工作液的吸光度。以标准系列使用液浓度为横坐标，对应的吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

6.3.2 试样待测液的测定

调整好仪器佳状态，测铁、锌、钠、钾、铜、锰用盐酸 A（4.12）调零，测钙、镁先时，先吸取镧溶液（4.15）2.0 mL，用水定容到 100 mL，并用该溶液调零。分别吸喷试样测液测试液的吸光度及空白试液的吸光度。查标准曲线得对应的质量浓度。

7 分析结果的表述

试样中钙、镁、钠、钾、铁、锌的含量按式（1）计算：

$$X = \frac{(c_1 - c_2) \times V \times f}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X——试样中各元素的含量，单位为毫克每百克（mg/100 g）；

c_1 ——测定液中元素的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

c_2 ——测定空白液中元素的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V——样液体积，单位为毫升（mL）；

f——样液稀释倍数；

m——试样的质量，单位为克（g）。

试样中锰、铜的含量按式（2）计算：

$$X = \frac{(c_1 - c_2) \times V \times f}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X ——试样中各元素的含量,单位为微克每百克($\mu\text{g}/100\text{g}$);

c_1 ——测定液中元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

c_2 ——测定空白液中元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——样液体积,单位为毫升(mL);

f ——样液稀释倍数;

m ——试样的质量,单位为克(g)。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示,钙、镁、钠、钾、锰、铜、铁、锌结果保留三位有效数字。

8 精密度

在重复性条件下获得两次独立测定结果的绝对差值,钙、镁、钠、钾、铁、锌不得超过算术平均值的10%;铜和锰不得超过算术平均值的15%。

第二法 电感耦合等离子体原子发射光谱测定方法

9 原理

试样经干法灰化消解,稀释至合适体积后用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定,外标法定量。

10 试剂和材料

除非另有规定,本方法所用试剂均为优级纯,水为GB/T 6682规定的一级水。

10.1 盐酸。

10.2 硝酸(HNO_3)。

10.3 硝酸溶液(50%):取50 mL 硝酸(10.2),用水稀释至100 mL。

10.4 盐酸A(4%):取4 mL 盐酸(10.1),用水稀释至100 mL。

10.5 盐酸B(40%):取40 mL 盐酸(10.1),用水稀释至100 mL。

10.6 8种元素标准储备溶液:单元素标准储备溶液可按GB/T 602方法配制,也可使用有证国家标准物质,其质量浓度为1.0 mg/mL(或0.5 mg/mL)。

11 仪器和设备

11.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

11.2 天平:感量为1 mg。

11.3 马弗炉。

11.4 电炉:1 kW~2 kW。

11.5 瓷坩埚。

12 分析步骤

12.1 试样制备

试样为粉末状样品，分析前应将试样充分混匀；试样为较大颗粒样品，应分取适量样品粉碎后测定。

12.2 试样处理

称取5 g试样（精确至0.001 g）于瓷坩埚中，在电炉上微火炭化至不冒烟，移入马弗炉中550 ℃加热2 h，如有黑色炭粒，冷却后加少许硝酸溶液（10.3）湿润，小火蒸干后再移入马弗炉中550 ℃加热半小时，取出冷却，加盐酸B（10.5）5 mL，在电炉上小心加热使灰充分溶解，冷却后转移至25 mL容量瓶中，用水定容至刻度，若有沉淀需过滤。待测。

12.3 平行试验

按以上步骤，对同一试样进行平行试验测定。

12.4 空白试验

除不加试样外，其它均按试样处理和测定步骤进行。

12.5 仪器参考操作条件

功率：1.20 kW，等离子气流量：15 L/min，雾化器压力：200 kPa，辅助气流量：1.50 L/min，仪器稳定延时：15 s，进样延时：20 s，读数次数：3次，各元素推荐使用分析谱线见表3。

表3 元素推荐使用分析谱线

元素名称	分析谱线波长 (nm)
Ca	315.887, 317.933
Mg	279.553, 280.270
Fe	234.350, 238.204, 259.940
Mn	257.610
Cu	324.754, 327.395
Zn	202.548, 206.200
K	766.491
Na	588.995, 589.592

12.6 混合标准溶液的配制

由储备液用盐酸A（10.4）逐级稀释配成如表4浓度系列的混合标准溶液。

表4 混合标准溶液各元素的浓度

序号	Ca ($\mu\text{g/mL}$)	Mg ($\mu\text{g/mL}$)	Fe ($\mu\text{g/mL}$)	Mn ($\mu\text{g/mL}$)	Cu ($\mu\text{g/mL}$)	Zn ($\mu\text{g/mL}$)	K ($\mu\text{g/mL}$)	Na ($\mu\text{g/mL}$)
1	0	0	0	0	0	0	0	0
2	10.0	0.5	5.0	0.1	0.2	5.0	10.0	1.0
3	15.0	1.0	10.0	0.2	0.4	10.0	20.0	3.0
4	20.0	1.5	15.0	0.3	0.6	15.0	30.0	5.0
5	25.0	2.0	20.0	0.4	0.8	20.0	40.0	7.0

12.7 测定

参考12.5的条件对仪器进行优化后,依次测定标准溶液、空白溶液和试样溶液。若试样溶液中某元素浓度超出工作曲线范围,可用盐酸A(10.4)对试样溶液进行适当稀释后再测定。

13 分析结果的表述

按式(3)计算各元素的含量:

$$X = \frac{100 \times (c_1 - c_2) \times V \times f}{1000 \times m} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

X ——被测元素含量,单位为毫克每百克(mg/100 g);

c_1 ——试样溶液中元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

c_2 ——空白溶液中元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试样溶液体积,单位为毫升(mL);

f ——试样溶液稀释倍数;

m ——试样的质量,单位为克(g)。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留三位有效数字。

14 精密度

在重复性条件下获得两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

15 其他

本标准第一法检出限:钙 1.0 mg/100 g,镁 0.3 mg/100 g,铁 0.020 mg/100 g,锰 0.001 mg/100 g,铜 0.0045 mg/100 g,锌 0.02 mg/100 g,钾 0.2 mg/100 g,钠 1.5 mg/100 g。

本标准第二法检出限:钙 0.7 mg/100 g,镁 0.2 mg/100 g,铁 0.003 mg/100 g,锰 0.005 mg/100 g,铜 0.002 mg/100 g,锌 0.002 mg/100 g,钾 0.7 mg/100 g,钠 1.6 mg/100 g。