



# 中华人民共和国食品安全国家标准

GB ××××—××××  
代替GB/T 5413.21—1997

## 婴幼儿食品和乳品中钙、铁、锌、钠、钾、 镁、铜和锰的测定

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

(征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-××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，第一法主要变化如下：

——增加了可以直接购买有证标准储备液。

——改变了标准中间液及标准使用液的配制浓度。

——改变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

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

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。

# 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。

本标准第二法检出限：钙 7 mg/kg，镁 2 mg/kg，铁 0.03 mg/kg，锰 0.05 mg/kg，铜 0.02 mg/kg，锌 0.02 mg/kg，钾 7 mg/kg，钠 16 mg/kg。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

### 第一法 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 盐酸：体积分数比 2%。

### 4.3 盐酸：取 20mL 盐酸置于适量水中，再稀释至 100mL。

### 4.4 硝酸：取 20mL 盐酸置于适量水中，再稀释至 100mL。

### 4.5 镧溶液：镧的质量浓度为 50g/L。

称取 29.32g 氧化镧 ( $\text{La}_2\text{O}_3$ )，用 25mL 去离子水湿润后，慢慢地仔细地添加 125mL 浓盐酸使氧化镧溶解后，用去离子水稀释至 500mL。

### 4.6 钾标准储备液：钾的质量浓度 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

称取干燥的氯化钾（分子量 74.55，光谱纯）1.9067 g，用盐酸（4.2）溶解，并定容于 1000mL 容量瓶中。

可以直接购入该元素标准储备液。

### 4.7 钠标准储备液：钠的质量浓度 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

称取干燥的氯化钠（分子量 58.44，光谱纯）2.5420 g，用盐酸（4.2）溶解，并定容于 1000mL 容量瓶中。

可以直接购入该元素标准储备液。

### 4.8 钙标准储备液：钙的质量浓度 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

称取干燥的碳酸钙（分子量 100.05，光谱纯）2.4963g，用盐酸（4.3）1000mL 溶解，并定容于 1000mL 容量瓶中。

可以直接购入该元素标准储备液。

### 4.9 镁标准储备液：镁的质量浓度 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

称取纯镁（光谱纯）1.0000 g,用硝酸（4.4）40mL 溶解，并用水定容于 1000mL 容量瓶中。  
可以直接购入该元素标准储备液。

#### 4.10 锌标准储备液：锌的质量浓度 1000 μg/mL。

称取金属锌（光谱纯）1.0000 g,用硝酸（4.4）40mL 溶解，并用水定容于 1000mL 容量瓶中。  
可以直接购入该元素标准储备液。

#### 4.11 铁标准储备液：铁的质量浓度 1000 μg/mL。

称取金属铁粉（光谱纯）1.0000 g,用硝酸（4.4）40mL 溶解，并用水定容于 1000mL 容量瓶中。  
可以直接购入该元素标准储备液。

#### 4.12 铜标准储备液：铜的质量浓度 1000 μg/mL。

称取金属铜（光谱纯）1.0000 g,用硝酸（4.4）40mL 溶解，并用水定容于 1000mL 容量瓶中。  
可以直接购入该元素标准储备液。

#### 4.13 锰标准储备液：锰的质量浓度 1000 μg/mL。

称取金属锰（光谱纯）1.0000 g,用硝酸（4.4）40mL 溶解，并用水定容于 1000mL 容量瓶中。  
可以直接购入该元素标准储备液。

#### 4.14 各元素的标准中间液

钙、铁、锌、钠、钾、镁标准中间液：分别吸取钙标准储备液（4.8）10.0mL、铁标准储备液（4.11）10.0mL、锌标准储备液（4.10）10.0mL、钠标准储备液（4.7）5.0mL、钾标准储备液（4.6）10.0mL、镁标准储备液（4.9）1.0mL，用盐酸（4.2）分别定容到 100mL 容量瓶中，得到上述各元素的标准中间液。质量浓度分别为：钙、铁、锌、钾：100.0μg/mL；钠：50.0μg/mL；镁：10.0μg/mL。

锰、铜标准中间液：吸取锰标准储备液（4.13）10.0mL 用盐酸（4.2）定容到 100mL，再从中吸取 4.0mL 用盐酸（4.2）定容到 100mL，得到锰标准中间液。吸取铜标准储备液（4.12）10.0mL 用盐酸（4.2）定容到 100mL，再从中吸取 6.0mL 用盐酸（4.2）定容到 100mL，得到铜标准中间液。质量浓度分别为：锰：4.0μg/mL；铜：6.0μg/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 钢瓶乙炔气和空气压缩机。
- 5.4 石英坩埚或瓷坩埚。
- 5.5 高温炉。
- 5.6 天平：感量 0.001g； 0.0001 g； 0.00001g。

## 6 分析步骤

### 6.1 试样处理

精确称混合均匀的固体试样约 5g，或液体试样约 15g（精确至 1 mg），于坩埚（5.4）中，在电炉上微火炭化至无黑烟生成，再移入高温炉（5.5）中升温至 490℃使试样灰化成白色灰烬。如果有黑色炭粒，冷却后，则滴加少许硝酸（4.4）湿润。在电炉上小火蒸干后，再移入 490℃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（1+4），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，同时处理一个空白试样。备测。

### 6.2 测定

#### 6.2.1 标准曲线的制备

##### 6.2.1.1 标准系列使用液的配制

按表 1 给出的体积为分别吸取各元素的标准中间液于 100mL 容量瓶中，配制铁、锌、钠、钾、锰、铜使用液用盐酸（4.2）定容。配制钙镁使用液时，在吸取标准中间液的同时吸取 2.0mL 镧溶液（4.5）

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中间液的体积 (mL)

序号	K	Ca	Na	Mg	Zn	Fe	Cu	Mn
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  $\mu\text{g/mL}$

序号	K	Ca	Na	Mg	Zn	Fe	Cu	Mn
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

### 6.2.1.2 标准曲线的制作

按照仪器说明书将仪器工作条件调整到测定各元素的 $\text{最佳状态}$ ,选用灵敏吸收线 K 766.5nm、Ca422.7nm、Na588.9nm、Mg285.2nm、Fe248.3nm、Cu324.7nm、Mn279.5nm、Zn213.9nm 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(4.2)调零。测定钙镁时先吸取镧溶液(4.5) 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使用液的吸光度。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。

### 6.2.2 试液的测定

调整好仪器 $\text{最佳状态}$ ,测铁、锌、钠、钾、铜、锰用盐酸溶液(4.2)调零,测钙、镁先时先吸取镧溶液(4.5) 2.0mL 用水定容到 100 mL,并用该溶液调零。按下面的方式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。

#### 6.2.2.1 钙镁的测定

从 50 mL 的试液(6.1)中吸取 1.0mL 到 100mL 容量瓶中,加 2.0mL 镧溶液,用水定容上机测定。同样方法处理空白试液。

#### 6.2.2.2 钠的测定

从 50 mL 的试液(6.1)中吸取 1.0mL 到 100mL 容量瓶中,用盐酸溶液(4.2)定容上机测定。同样方法处理空白试液。

#### 6.2.2.3 钾的测定

从 50 mL 的试液(6.1)中吸取 0.5mL 到 100mL 容量瓶中,用盐酸溶液(4.2)定容上机测定。同样方法处理空白试液。

#### 6.2.2.4 铁锌锰铜的测定

用 50mL 的试液(6.1)直接上机测定。同时测定空白试液(6.1)。

## 7 结果计算和表示

试样中钙、镁、钠、钾、铁、锌的含量  $X$  以质量分数毫克每百克 (mg/100g) 表示,按式(1)计

算:

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

式中:

$X$ —试样中各元素的含量,单位为毫克每百克(mg/100g);

$c_1$ —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);

$A$ —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  $X$  以质量分数微克每百克( $\mu\text{g}/100\text{g}$ )表示,按式(2)计算:

$$X = \frac{(c_1 - c_2) \times V \times A}{m \times 1000} \times 100 \times 1000 \dots\dots\dots (2)$$

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( $\mu\text{g/mL}$ );

$c_2$ —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);

$A$ —样液稀释倍数;

$m$ —试样的质量,单位为克(g)。

以两次独立测定结果的算术平均值表示。计算结果钙、镁、钠、钾、锰、铜要求表示到小数点后一位。铁、锌要求表示到小数点后两位。

## 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不得超过算术平均值的10%。

## 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 硝酸溶液(1+1)。

10.2 盐酸溶液(4%,体积分数)。

10.3 盐酸溶液(2+3)。

10.4 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 分析天平:精度为1mg。

11.3 马弗炉。

11.4 电炉:1~2kW。

11.5 瓷坩埚。

## 12 试样制备

试样为粉末装样品，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。

## 13 分析步骤

### 13.1 试样处理

称取5g试样（精确到1mg）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小时，如有黑色炭粒，冷却后加少许硝酸溶液（10.1）湿润，小火蒸干后再移入马弗炉中550℃加热半小时，取出冷却，加盐酸溶液（10.3）5mL，在电炉上小心加热使灰分充分溶解，冷却后转移至25mL容量瓶中，用水定容至刻度，若有沉淀需过滤。测定

### 13.2 平行试验

按以上步骤，对同一试样进行平行试验测定。

### 13.3 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。

### 13.4 仪器参考操作条件

功率：1.20kW，等离子气流量：15L/min，雾化器压力：200kPa，辅助气流量：1.50 L/min，仪器稳定延时：15s，进样延时：20s，读数次数：3次，各元素推荐使用分析谱线见表1：

表1 元素推荐使用分析谱线

单位为纳米

元素名称	分析谱线波长
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

### 13.5 混合标准溶液的配制

由储备液用盐酸溶液（10.2）逐级稀释配成如下表浓度系列的混合标准溶液。

表2 混合标准溶液各元素的浓度

单位为微克每毫升

序号	Ca	Mg	Fe	Mn	Cu	Zn	K	Na
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

### 13.6 测定

参考13.4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，可用盐酸溶液（10.2）对试样溶液进行适当稀释后再测定。

### 13.7 结果计算和表示

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/100g）；

$c_1$  ——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）。

计算结果至少保留3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%

---