

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 16342—1996

食品中锑的测定

Determination of antimony in foods

1996-06-19 发布

1996-09-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

某些食品由于用涂有锑瓷釉的容器贮存或制作而被污染,使食品中含锑量偏高。曾发生因饮用了在搪瓷容器中用柠檬晶制成的柠檬水而中毒的事件。为此,各国制定了锑的食品卫生标准。澳大利亚规定饮料中锑不得超过0.15 mg/L,其他食品中不得超过1.5 mg/kg;新西兰规定饮料中锑不得超过0.15 mg/L,其他食品中不得超过1.0 mg/kg;英国规定食品着色剂中含锑不得超过100 mg/kg。我国规定食品容器及包装材料采用聚对苯二甲酸乙二醇酯为原料的成形品,4%乙酸浸出液(60℃,0.5 h)中锑含量不得超过0.005 mg/L。为了加强食品卫生监督,建立锑的标准测定方法十分必要。

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准负责起草单位:北京进口食品卫生监督检验所、卫生部食品卫生监督检验所;参加起草单位:北京市卫生防疫站。

本标准主要起草人:阎军、杨惠芬、毛红、郭红。

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。

中华人民共和国国家标准

GB/T 16342—1996

食品中锑的测定

Determination of antimony in foods

1 范围

本标准规定了食品中锑的氢化物原子荧光光谱法。

本标准适用于各类食品中锑的测定。

2 原理

样品经酸加热消化后,在酸性介质中,样品中的锑与硼氢化钠(NaBH_4)或硼氢化钾(KBH_4)反应生成挥发性锑的氢化物(SbH_3),以氩气为载气,将氢化物导入电热石英原子化器中原子化,在特制锑空心阴极灯照射下,基态锑原子被激发至高能态,在去活化回到基态时,发射出特征波长的荧光,其荧光强度与锑含量成正比,根据标准系列进行定量。

3 试剂

除特殊规定外,本标准所用试剂均为分析纯试剂,实验用水为蒸馏水或同等纯度的水。

3.1 硝酸+高氯酸(4+1)混合酸:分别量取硝酸 400 mL,高氯酸 100 mL,混匀。

3.2 盐酸溶液(1+1):量取 250 mL 盐酸倒入 250 mL 水中,混匀。

3.3 硫酸(优级纯)。

3.4 30%过氧化氢。

3.5 硫脲[(NH_2)₂CS](20 g/L)+碘化钾(KI)(100 g/L)混合溶液:分别称取 2 g 硫脲,10 g 碘化钾,溶于 100 mL 水中,混匀。

3.6 硼氢化钠(NaBH_4)溶液(10 g/L):称取 1.0 g 硼氢化钠,溶于 100 mL 的氢氧化钠溶液(2 g/L)中,混匀,临用现配。

3.7 锑标准储备液(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$):准确称取光谱纯锑 0.100 0 g 于 50 mL 烧杯中,加入盐酸(5+1) 100 mL,并滴加少量 30%过氧化氢加速溶解,再加热除去溶液中过氧化氢后冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,以盐酸(5+1)稀释至刻度,混匀。此溶液每毫升相当于 100 μg 锑。

3.8 锑标准应用液(1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$):准确吸取锑标准储备液(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$),用水逐级稀释至 1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

4 仪器

4.1 AFS-210 型双道原子荧光光谱仪或同类仪器。

4.2 Premium386SX/16 计算机系统及编码锑空心阴极灯。

4.3 MDS-2000 微波消解炉。

4.4 电热板。

5 分析步骤

5.1 样品消化

5.1.1 湿消解

称取固体样品 0.20~2.00 g, 液体样品 2.00~10.00 g(或 mL), 置于 50~100 mL 消化容器中(锥形瓶), 加入硝酸+高氯酸(4+1)混合酸 5~10 mL, 然后加入硫酸 1~2 mL, 摇匀浸泡, 放置过夜。次日, 置于电热板上加热消解, 至消化液呈淡黄色或无色(如消解过程色泽较深, 稍冷补加少量硝酸, 继续消解), 加入 20 mL 水, 再继续加热赶酸至消化液 0.5~1.0 mL 止, 冷却后用少量水转入 25 mL 容量瓶中, 并加入盐酸溶液(1+1)2.0 mL, 硫脲(20 g/L)+碘化钾(100 g/L)混合液 2.0 mL, 用水稀释至刻度, 摇匀, 放置 30 min 后测定。同时做试剂空白。

5.1.2 微波消解

称取 0.10~0.50 g 样品于消化罐中, 加入 1~5 mL 硝酸, 加入过氧化氢 1~2 mL, 盖好安全阀后, 将消化罐放入 MDS-2000 微波消解炉中, 根据不同品种的样品, 设置微波消解炉的最佳分析条件(参见表 1 和表 2)。消解完全后, 冷却取出消化罐内衬管, 将消化液用少量水转入 25 mL 容量瓶中, 并加入盐酸(1+1)2.0 mL, 硫脲(20 g/L)+碘化钾(100 g/L)混合液 2.0 mL, 用水稀释至刻度(低含量样品可定容 10 mL), 摇匀, 放置 30 min 后测定。同时做试剂空白试验。

表 1 粮食类、蔬菜类、鱼肉类

步骤	(1)	(2)	(3)
功率, %	50	75	90
压力, Psi	50	100	160
升温时间, min	30.0	30.0	30.0
保压时间, min	5.0	7.0	5.0
排风量, %	100	100	100
注: 1 Psi = 6.89 kPa			

表 2 油脂类、糖类

步骤	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)
功率, %	50	70	80	100	100
压力, Psi	50	75	100	140	180
升温时间, min	30.0	30.0	30.0	30.0	30.0
保压时间, min	5.0	5.0	5.0	7.0	5.0
排风量, %	100	100	100	100	100
注: 1 Psi = 6.89 kPa					

5.2 标准系列制备

取 25 mL 容量瓶 7 只, 依次准确加入铈标准应用液(1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$) 0.00, 0.05, 0.10, 0.25, 0.50, 1.00, 1.50 mL(各相当于铈浓度 0.00, 2.00, 4.00, 10.00, 20.00, 40.00, 60.00 ng/mL), 用少量水稀释后, 加入盐酸(1+1)2.0 mL, 硫脲(20 g/L)+碘化钾(100 g/L)混合液 2.0 mL, 用水稀释至刻度, 摇匀, 放置 30 min 后待测。

5.3 测定

5.3.1 仪器参考条件

· 负高压: 320 V; 铈空心阴极灯灯电流: 60 mA; 原子化器: 炉温 650 $^{\circ}\text{C}$, 炉高 18 mm; 氩气流速: 载气

600 mL/min,屏蔽气 1 000 mL/min;加还原剂时间:7.0 s;读数时间:15.0 s;延迟时间:0.0 s;读数方式:峰面积;测量方法:标准曲线法;进样体积:2.0 mL。

5.3.2 浓度测量方式

设定好仪器最佳条件,逐步将炉温升至所需温度后,稳定 10~20 min 再开始测量。连续用标准系列的零管进样,待读数稳定之后,转入标准系列测量,绘制标准曲线。转入样品测量,分别测定样品空白液和样品消化液,每测不同的样品前都应清洗进样器。样品测定结果按以下公式计算。

5.3.3 仪器自动计算结果测量方式

设定好仪器最佳条件,在样品参数画面,输入以下参数:样品质量(g 或 mL),稀释体积(mL),并选择结果的浓度单位。逐步将炉温升至所需温度,稳定后测量。连续用标准系列的零管进样,待读数稳定之后,转入标准系列测量,绘制标准曲线。在转入样品测量之前,再进入空白值测量状态,用样品空白消化液进样,让仪器取其均值作为扣底的空白值。随后即可依次测定样品溶液。选择“打印报告”即可将测定结果自动打印。

6 结果

6.1 计算:

$$X = \frac{(C - C_0) \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000 \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中: X——样品中锑的含量,mg/kg(或 mg/L);

C——样品消化液测定浓度,ng/mL;

C₀——试剂空白液测定浓度,ng/mL;

m——样品质量(或体积),g(或 mL);

V——样品消化液总体积,mL。

6.2 在本实验条件下,本法检出限:0.1 ng/mL;

标准曲线线性范围:0.0~500.0 ng/mL;

方法回收率:88.5%~102.0%;

相对标准偏差:5.51%。

表 3 标准参比物质质控结果

名称	次数 N	标准含量 μg/g	测定含量 μg/g	RSD %
茶叶 (GBW08505)	4	0.037±0.003	0.036	3.77
贻贝 (GBW08571)	5	6(参考值)	5.4	6.83

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食 品 中 镉 的 测 定
GB/T 16342—1996

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

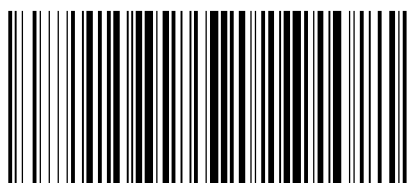
开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 6 千字
1997年3月第一版 1997年3月第一次印刷
印数 1—1 500

*

书号: 155066·1-13540 定价 8.00 元

*

标 目 304—61



GB/T 16342—1996