



中华人民共和国国家标准

GB/T 20380.2—2006/ISO 11212-2:1997

淀粉及其制品 重金属含量 第2部分:原子吸收光谱法测定汞含量

Starch and derived products—Heavy metals content—Part 2:
Determination of mercury content by atomic absorption spectrometry

(ISO 11212-2:1997, IDT)



2006-03-14 发布

2006-10-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
淀粉及其制品 重金属含量
第 2 部分:原子吸收光谱法测定汞含量
GB/T 20380.2—2006/ISO 11212-2:1997

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2006 年 10 月第一版 2006 年 10 月第一次印刷

*

书号: 155066 • 1-28224 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 20380.2-2006

前 言

GB/T 20380《淀粉及其制品——重金属含量》由 4 个部分组成:

- 第 1 部分:原子吸收光谱法测定砷含量;
- 第 2 部分:原子吸收光谱法测定汞含量;
- 第 3 部分:电热原子吸收光谱法测定铅含量;
- 第 4 部分:电热原子吸收光谱法测定镉含量。

本部分是 GB/T 20380 的第 2 部分,本部分等同采用 ISO 11212-2:1997《淀粉及其制品——重金属含量——第 2 部分:原子吸收光谱法测定汞含量》(英文版),其内容和结构与 ISO 11212-2:1997 一致。

本部分的附录 A 为资料性附录。

本部分由中国商业联合会提出。

本部分由中国商业联合会商业标准中心归口。

本部分起草单位:江南大学食品学院、吉林淀粉批发市场、中国淀粉工业协会变性淀粉专业委员会。

本部分主要起草人:顾正彪、童群义、洪雁、陈洪兴、钟立满、李鸿梅、周心怡、王良东。

淀粉及其制品 重金属含量

第2部分:原子吸收光谱法测定汞含量

1 范围

GB/T 20380 的本部分规定了用冷原子吸收光谱法测定淀粉及其衍生物、副产物中汞含量的方法。

目前金属冷原子蒸气发生器可用多种不同的技术规格,因此不可能提供一种综合的方法以确保在各种仪器上都能有满意的试验结果。因此,每位分析员应根据通用的或具体的指导来优化自己仪器的使用条件。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于 GB/T 20380 的本部分。

2.1

汞含量 mercury content

根据本方法规定的条件测定汞的含量,以每千克样品中所含汞(Hg)的微克来表示。

3 原理

湿法消化有机物后,在硼氢化钠(或氯化亚锡)盐酸溶液中,样品中的汞离子(Hg^{2+})被氢还原成金属汞。汞蒸气被气流带进石英槽,用原子吸收光谱法测定汞原子含量。

在 253.7 nm 波长处测量吸光值。

根据标准曲线测定样品中的汞浓度。

4 试剂

只能使用分析纯试剂和蒸馏水或纯净水。

4.1 硝酸(HNO_3)溶液

$\rho_{20} = 1.38 \text{ g/mL}$ 。

4.2 过氧化氢(H_2O_2)溶液

体积分数为 30%。

4.3 硼氢化钠(NaBH_4)溶液

按冷原子蒸气发生器(5.3)的使用说明书所要求的浓度配制。

4.4 氯化亚锡(SnCl_2)溶液

按冷原子蒸气发生器(5.3)的使用说明书所要求的浓度配制。

4.5 盐酸(HCl)溶液

按冷原子蒸气发生器(5.3)的使用说明书所要求的浓度配制。

4.6 汞标准液

$c = 1 \text{ g/L}$,市场购得的汞标准液或用已知纯度的金属或金属盐溶解制取。

4.7 标准溶液

测定前,用汞标准液(4.6)配制含待测样品浓度范围在内的至少 5 种汞标准溶液,每 100 mL 标准溶液中应含 7.5 mL 硝酸(4.1)。

5 仪器

所有玻璃仪器使用前必须用适当溶液(如硝酸)洗涤,并用蒸馏水冲洗除去仪器内残存的痕量汞。

5.1 消化装置(见图 1)

由硼硅酸盐玻璃制成的三部分构件组成(5.1.1~5.1.3),末端接锥形磨口接头。



图 1 消化装置

5.1.1 索氏提取管

容积为 200 mL,带一活塞,与烧瓶(5.1.3)通过玻璃侧管相连。

5.1.2 冷凝管

长 35 cm,连接到索氏提取管(5.1.1)的上部。

5.1.3 圆底烧瓶

容积为 250 mL,连接到索氏提取管(5.1.1)的底部。

活塞打开时,消化装置处于回流加热状态;活塞关闭时,索氏提取管保留冷凝水,酸蒸发。

5.2 原子吸收光谱仪

由五部分构成(5.2.1~5.2.5)。

5.2.1 高分辨率单色器:入射狭缝宽 0.2 nm。

5.2.2 校正装置:用于非特异性吸收。

5.2.3 测定及光电接收装置:响应时间不超过 10 ms。

5.2.4 检测及信号处理系统:记录最大吸光值和(或)积分吸光值。

5.2.5 汞放电灯或汞空心阴极灯。

5.3 汞冷原子蒸气发生器

汞在此发生器内转变为汞蒸气后运送到测量槽(即石英槽)内,(石英槽所透过的光的波长适合于光谱测定)。为使检测结果重复性更好并减少冷原子蒸气发生器污染,发生器还配有自动进样装置。

5.4 移液管及微量移液管

适当容积。

5.5 分析天平

6 操作方法

注意：汞易挥发，有剧毒。为防止汞泄露，实验前必须检查索氏抽提器各连接处是否严密并避免消化器的过热。

6.1 样品处理

彻底混匀样品。

6.2 消化

用 5.1 所示的消化装置。

称取 5 g 样品(精确到 0.001 g)放到烧瓶(5.1.3)中,加入 27.5 mL 硝酸(4.1)、1 mL 过氧化氢(4.2),打开活塞,蒸馏回流 4 h 后关闭活塞,继续加热,蒸馏到抽提管(5.1.1)内收集 20 mL±1 mL 液体时停止加热,使烧瓶冷却。从抽提管上取下烧瓶,向装有蒸馏残余物的烧瓶内加入 20 mL 水煮沸,几分钟后停止加热,冷却后将溶液转移到 100 mL 容量瓶中,用蒸馏水稀释到刻度,摇匀。

注：为达到要求的测量精度,常采用氯化亚锡或金汞合金作为还原剂。

6.3 空白实验

以 5 mL 水代替被测样品按 6.2 的步骤进行消化。

6.4 标准曲线的绘制

加入规定量的氯化亚锡溶液(4.4)和硼氢化钠溶液(4.3),按汞冷原子蒸气发生器(5.3)的使用说明书分析稀释过的标准溶液,在光谱仪(5.2)上测量每个标准溶液在 253.7 nm 波长下的吸光值。

以每升溶液中所含汞的微克为横坐标,以其对应的最大吸光值或积分吸光值为纵坐标,绘制汞浓度标准曲线。在长期的连续分析过程中,此标准曲线应定期进行核对。

6.5 样品测定

用与测定标准溶液吸光值同样的方法测定待测样品的吸光值,并与所绘制的标准曲线进行对比。

7 结果计算

参照标准曲线,测定空白样品和待测样品中汞浓度 w ,以每千克样品中含汞的微克来表示,计算见式(1):

$$w = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 100}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ_1 ——从标准曲线上(6.4)查得的待测样品溶液(6.2)的汞质量浓度值,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

ρ_0 ——从标准曲线上(6.4)查得的空白溶液(6.3)的汞质量浓度值,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

m ——待测样品(6.2)的质量,单位为克(g)。

注意：严格按照上述方法操作,测量精度可达 20 $\mu\text{g/kg}$ 。

8 精密度

不同实验室关于本方法精密度测试的细节参见附录 A,附录 A 中所列数值仅适用于分析附录 A 中所列的物质及其浓度范围。

8.1 重复性

在很短的时间间隔内,在同一实验室中由同一实验者采用同样的仪器、同样的材料、同样的方法进行两个独立的实验结果绝对差值不应超过表 A.1 中的重复性限(r)的 5%。

8.2 再现性

在不同实验室由不同实验者采用不同仪器、相同材料、相同方法进行的两个独立实验得到的结果的绝对差值不应超过表 A.1 中再现性限(R)的 5%。

9 实验报告

实验报告要列出：

- 取样方法；
- 实验方法；
- 所得的实验结果；
- 如果核查了实验结果的重复性，所获得的最后实验结果。

实验报告还应说明：GB/T 20380 的本部分没指出或没考虑一些可随意调节的操作方法以及会影响检验结果的一切偶然因素的细节。

实验报告应包括全面鉴定样品的所有必要信息。

附录 A

(资料性附录)

不同实验室间的实验结果统计

1993 年 12 个实验室按国际标准进行实验。表 A.1 中所示的统计结果根据 GB/T 6379¹⁾ 测定。

表 A.1 不同实验室间对玉米淀粉的检测

参 数	样 品 ^a		
	LC	HC	VHC
消去异常数据后的实验室数目	7	8	8
有异常数据的实验室数目	5	5	5
测试结果的数目	28	31	32
汞平均含量/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	49.4	98.5	161.5
重复性标准偏差 S_r /($\mu\text{g}/\text{kg}$)	5.4	10.7	11.7
重复性限 $r(r=2.8\times S_r)$ /($\mu\text{g}/\text{kg}$)	15.2	30.3	33.2
再现性标准偏差 S_R /($\mu\text{g}/\text{kg}$)	18.7	43.4	71.8
再现性限 $R(R=2.8\times S_R)$ /($\mu\text{g}/\text{kg}$)	53.0	122.9	203.2
^a 玉米淀粉 LC: 低含量; HC: 高含量; VHC: 很高含量。			

1) GB/T 6379—1986 测试方法的精密度 通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性。