

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.137—2003
代替 GB/T 16342—1996

食品中锑的测定

Determination of antimony in foods

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准代替 GB/T 16342—1996《食品中铊的测定》。

本标准按 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准起草单位：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；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。

原标准于 1996 年首次发布，本次为第一次修订。

引 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型品,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。

食品中锑的测定

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。

本方法检出限:0.1 ng/mL。

2 原理

试样经酸加热消化后,在酸性介质中,试样中的锑与硼氢化钠(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

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 $[(\text{NH}_2)_2\text{CS}]$ (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(1.00 mg/mL):由国家标准物质研究中心提供。

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

4 仪器

4.1 双道原子荧光光谱仪。

4.2 编码锑空心阴极灯。

4.3 微波消解炉。

4.4 电热板。

5 分析步骤

5.1 试样消化

5.1.1 湿消解:称取固体试样 0.20 g~2.00 g,液体试样 2.00 g~10.00 g(或 mL),置于 50 mL~100 mL 消化容器中(锥形瓶),加入硝酸+高氯酸(4+1)混合酸 5 mL~10 mL 然后加入硫酸 1 mL~2 mL 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 mL~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。