

ICS 67.040  
C 53



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.16—2003  
代替 GB/T 5009.16—1996

## 食品中锡的测定

*Determination of tin 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 5009.16—1996《食品中锡的测定方法》。

本标准与 GB/T 5009.16—1996 相比主要修改如下：

——修改了标准的中文名称，标准中文名称改为《食品中锡的测定》；

——按照 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；

——增加了氢化物原子荧光光谱法作为第一法，苯茚酮比色法作为第二法。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准第一法由北京市卫生防疫站、卫生部食品卫生监督检验所负责起草，北京进口食品监督检验所参加起草。

本标准第二法由卫生部食品卫生监督检验所负责起草。

本标准第一法主要起草人：毛红、杨惠芬、赵榕、阎军、石建成。

本标准于 1985 年首次发布，于 1996 年第一次修订，本次为第二次修订。

## 引 言

锡是人体必需微量元素之一,但摄入过多会发生中毒,1988年FAO/WHO,JECFA专家会议推荐锡的允许摄入量为14 mg/(kg体重·周)。我国也制定了食品卫生标准。现行标准方法为苯芴酮比色法,对一般低含量试样的测定灵敏度达不到要求。本次修订提出氢化物原子荧光光谱法以补充现行国家标准方法。本法灵敏度高、操作简便、快速、干扰少,而且使用国产仪器,易于推广。

## 食品中锡的测定

### 1 范围

本标准规定了食品中锡的测定方法。

本标准适用于各类食品中锡的测定。

本方法检出限:苯酚酮比色法为 2 mg/kg;氢化物原子荧光光谱法检出限:0.23 ng/mL,标准曲线线性范围:0 ng/mL~200 ng/mL。

### 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 5009.11—2003 食品中总砷及无机砷的测定

### 第一法 氢化物原子荧光光谱法

### 3 原理

试样经酸加热消化,锡被氧化成四价锡,在硼氢化钠的作用下生成锡的氢化物,并由载气带入原子化器中进行原子化,在特制锡空心阴极灯的照射下,基态锡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,其荧光强度与锡含量成正比。与标准系列比较定量。

### 4 试剂

4.1 硫酸(优级纯)。

4.2 硝酸+高氯酸混合酸(4+1)。

4.3 硫酸溶液(1+9):量取 100 mL 硫酸倒入 900 mL 水中混匀。

4.4 硫脲(150 g/L)+抗坏血酸(150 g/L):分别称取 15 g 硫脲和 15 g 抗坏血酸溶于水中,并稀释至 100 mL(此溶液需置于棕色瓶中避光保存)。

4.5 硼氢化钠溶液(7 g/L):称取 7.0 g 硼氢化钠,溶于氢氧化钠溶液(5 g/L)中,并定容至 1 000 mL。

4.6 锡标准应用液:准确吸取 100  $\mu$ g/mL 锡国家标准溶液(标准号:BW 3035)1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,用硫酸溶液(1+9)定容至刻度。此溶液浓度为 1  $\mu$ g/mL。

### 5 仪器

5.1 双道原子荧光光度计。

5.2 电热板。

### 6 分析步骤

#### 6.1 试样制备

粮食、豆类除去杂质和尘土,碾碎过 40 目筛,水果、蔬菜、肉、水产类洗净晾干,取可食部分制成匀浆。

## 6.2 试样消化

6.2.1 称取试样 1.0 g~5.0 g 于锥形瓶中,加 1.0 mL 浓硫酸,10.0 mL 硝酸+高氯酸混合酸(4+1),3 粒玻璃珠,放置过夜。次日置电热板上加热消化,如酸液过少,可适当补加硝酸,继续消化至冒白烟,待液体体积近 1 mL 时取下冷却。用水将消化试样转入 50 mL 容量瓶中,加水定容至刻度,摇匀备用。同时做空白试验。

6.2.2 分别取定容后的试样 10 mL 于 15 mL 比色管中,加入 2 mL 硫脲(150 g/L)+抗坏血酸(150 g/L)混合溶液,摇匀。

## 6.3 标准系列的配制

标准曲线:分别吸取锡标准应用液 0.0、0.1、0.5、1.0、1.5、2.0 mL,于 15 mL 比色管中,分别加入硫酸溶液(1+9)2.0、1.9、1.5、1.0、0.5、0.0 mL,用水定容至 10 mL,再加入 2 mL 硫脲(150 g/L)+抗坏血酸(150 g/L)混合溶液。

## 6.4 测定

6.4.1 仪器参考条件:负高压:380 V;灯电流:70 mA;原子化温度:850℃;炉高:10 mm;屏蔽气流量:1 200 mL/min;载气流量:500 mL/min;测量方式:标准曲线法;读数方式:峰面积;延迟时间:1 s;读数时间:15 s;加液时间:8 s;进样体积:2 mL。

6.4.2 测定:根据试验情况任选以下一种方法。

6.4.2.1 浓度测定方式测量:设定好仪器最佳条件,逐步将炉温升至所需温度后,稳定 10 min~20 min 后开始测量。连续用标准系列零管进样,待读数稳定后,转入标准系列测量,绘制标准曲线。转入试样测定,分别测定试样空白和试样消化液,每测不同的试样前都应清洗进样器。试样测定结果按以下公式计算。

6.4.2.2 仪器自动计算结果方式测量:设定好仪器最佳条件,在试样参数画面输入以下参数:试样质量(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。连续用标准系列零管进样,等读数稳定后,转入标准系列测量,绘制标准曲线。在转入试样测定之前,再进入空白值测量状态,用试样空白消化液进样,让仪器取其均值作为扣除的空白值。随后即可依次测定试样。测定完毕后,选择“打印报告”即可将测定结果自动打印。

## 7 结果计算

试样中锡含量按式(1)进行计算。

$$X = \frac{(C_1 - C_0) \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000 \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X——试样中锡含量,单位为毫克每千克或毫克每升(mg/kg 或 mg/L);

$C_1$ ——试样消化液测定浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

$C_0$ ——试样空白消化液浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V——试样消化液总体积,单位为毫升(mL);

m——试样质量或体积,单位为克或毫升(g 或 mL)。

计算结果保留两位有效数字。

## 8 精密度

在重复性条件下获得的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 苯芴酮比色法

## 9 原理

试样经消化后,在弱酸性溶液中四价锡离子与苯芴酮形成微溶性橙红色络合物,在保护性胶体存在

下与标准系列比较定量。

## 10 试剂

- 10.1 酒石酸溶液(100 g/L)。
- 10.2 抗坏血酸溶液(10 g/L),临用时配制。
- 10.3 动物胶溶液(5 g/L),临用时配制。
- 10.4 酚酞指示液(10 g/L):称取 1 g 酚酞,用乙醇溶解至 100 mL。
- 10.5 氨水(1+1)。
- 10.6 硫酸(1+9):量取 10 mL 硫酸,倒入 90 mL 水内,混匀。
- 10.7 苯芴酮溶液(0.1 g/L):称取 0.010 g 苯芴酮(1,3,7-三羟基-9-苯基蒽醌),加少量甲醇及硫酸(1+9)数滴溶解,以甲醇稀释至 100 mL。
- 10.8 锡标准溶液:准确称取 0.100 0 g 金属锡(99.99%),置于小烧杯中,加 10 mL 硫酸,盖以表面皿,加热至锡完全溶解,移去表面皿,继续加热至发生浓白烟,冷却,慢慢加 50 mL 水,移入 100 mL 容量瓶中,用硫酸(1+9)多次洗涤烧杯,洗液并入容量瓶中,并稀释至刻度,混匀。此溶液每毫升相当于 1.0 mg 锡。
- 10.9 锡标准使用液:吸取 10.0 mL 锡标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,以硫酸(1+9)稀释至刻度,混匀。如此再次稀释至每毫升相当于 10.0 μg 锡。

## 11 仪器

分光光度计。

## 12 分析步骤

### 12.1 试样制备

#### 12.1.1 试样消化

同 GB/T 5009.11—2003 中 12.1。

#### 12.1.2 试样预处理及标准曲线制备

吸取 1.00 mL~5.00 mL 试样消化液和同量的试剂空白溶液,分别置于 25 mL 比色管中。

吸取 0,0.20,0.40,0.60,0.80,1.00 mL 锡标准使用液(相当 0,2.0,4.0,6.0,8.0,10.0 μg 锡),分别置于 25 mL 比色管中。

### 12.2 试样测量

于试样消化液、试剂空白液及锡标准液中各加 0.5 mL 酒石酸溶液(100 g/L)及 1 滴酚酞指示液,混匀,各加氨水(1+1)中和至淡红色,加 3 mL 硫酸(1+9)、1 mL 动物胶溶液(5 g/L)及 2.5 mL 抗坏血酸溶液(10 g/L),再加水至 25 mL,混匀,再各加 2 mL 苯芴酮溶液(0.1 g/L),混匀,1 h 后测量,用 2 cm 比色杯以水调节零点,于波长 490 nm 处测吸光度,标准各点减去零管吸光值后,绘制标准曲线或计算直线回归方程,试样吸光值与曲线比较或代入方程求出含量。

## 13 结果计算

试样中锡的含量按式(2)进行计算。

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times 1\,000}{m_3 \times (V_2/V_1) \times 1\,000} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X —— 试样中锡的含量,单位为毫克每千克或毫克每升(mg/kg 或 mg/L);

$m_1$  —— 测定用试样消化液中锡的质量,单位为微克(μg);

$m_2$  ——试剂空白液中锡的质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m_3$  ——试样质量,单位为克(g);

$V_1$  ——试样消化液的总体积,单位为毫升(mL);

$V_2$  ——测定用试样消化液的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留三位有效数字。

#### 14 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

---