

GB/T 5009.17—2003

33.6 其余试剂同第 27 章。

34 仪器

34.1 测汞仪。

34.2 pH 计。

34.3 离心机:带 50 mL~80 mL 离心管。

34.4 巯基棉管:同 28.4。

34.5 玻璃仪器:处理同 28.5。

35 分析步骤

按 29.2.1~29.2.3 操作。洗脱液收集在 10 mL 具塞比色管内,补加铜离子稀溶液至 10 mL。再吸取 2.0 mL 此溶液,加铜离子稀溶液至 10 mL。

另取 12 支 10 mL 具塞比色管,分别加入 5 mL 铜离子稀溶液,然后加入 0,0.20,0.40,0.60,0.80,1.0 mL 甲基汞标准使用液各两管,各补加铜离子稀溶液至 10 mL(相当于 0、0.020、0.040、0.060、0.080、0.10 μg 甲基汞)。将试样及汞标准溶液分别依次倒入汞蒸气发生器中,加 2 mL 氢氧化钠溶液(400 g/L)、15 mL 氯化亚锡溶液(300 g/L),通气后,记录峰高或记录最大读数,绘制标准曲线比较。

36 结果计算

试样中甲基汞的含量按式(7)进行计算。

$$X = \frac{m_1 \times 1\,000}{\frac{2}{10} \times m_2 \times 1\,000} \dots\dots\dots(7)$$

式中:

X——试样中甲基汞的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

m<sub>1</sub>——测定用试样中甲基汞的质量,单位为微克(μg);

m<sub>2</sub>——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

37 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 20%。

GB/T 5009.17—2003

ICS 67.040  
C 53



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.17—2003  
代替 GB/T 5009.17—1996,部分代替 GB/T 5009.45—1996

## 食品中总汞及有机汞的测定

Determination of total mercury and organic-mercury in foods



GB/T 5009.17-2003

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-21421

定价: 12.00 元

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部  
中国国家标准化管理委员会 发布

29.2.2 加入与盐酸(1+11)等量的氢氧化钠溶液(40 g/L)中和,加 1 滴~2 滴甲基橙指示液,再调至溶液变黄色,然后滴加盐酸(1+11)至溶液从黄色变橙色,此溶液的 pH 在 3.0~3.5 范围内(可用 pH 计校正)。

29.2.3 将塞有巯基棉的玻璃滴管接在分液漏斗下面,控制流速约为 4 mL/min~5 mL/min;然后用 pH3.0~3.5 的淋洗液冲洗漏斗和玻璃管,取下玻璃管,用玻璃棒压紧巯基棉,用洗耳球将水尽量吹尽,然后加入 1 mL 盐酸(1+5)分别洗脱一次,用洗耳球将洗脱液吹尽,收集于 10 mL 具塞比色管中。

29.2.4 另取二支 10 mL 具塞比色管,各加入 2.0 mL 甲基汞标准使用液(0.10 μg/mL)。向含有试样及甲基汞标准使用液的具塞比色管中各加入 1.0 mL 苯,提取振摇 2 min,分层后吸出苯液,加少许无水硫酸钠,摇匀,静置,吸取一定量进行气相色谱测定,记录峰高,与标准峰高比较定量。

30 结果计算

试样中甲基汞的含量按式(6)进行计算。

$$X = \frac{m_1 \times h_1 \times V_1 \times 1\ 000}{V_2 \times h_2 \times m_2 \times 1\ 000} \dots\dots\dots(6)$$

式中:

X——试样中甲基汞的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

m<sub>1</sub>——甲基汞标准量,单位为微克(μg);

h<sub>1</sub>——试样峰高,单位为毫米(mm);

V<sub>1</sub>——试样苯萃取溶剂的总体积,单位为微升(μL);

V<sub>2</sub>——测定用试样的体积,单位为微升(μL);

h<sub>2</sub>——甲基汞标准峰高,单位为毫米(mm);

m<sub>2</sub>——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

31 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 20%。

冷原子吸收法(酸提取巯基棉法)

32 原理

同第 26 章。但在碱性介质中用测汞仪测定,与标准系列比较定量。

33 试剂

33.1 氯化亚锡溶液(300 g/L):称取 60 g 氯化亚锡(SnCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O),加少量水,再加 10 mL 硫酸,加水稀释至 200 mL,放置冰箱保存。

33.2 铜离子稀溶液:称取 50 g 氯化钠,加水溶解,加 5 mL 氯化铜溶液(42.5 g/L),加 50 mL 盐酸(1+1),加水稀释至 500 mL。

33.3 氢氧化钠溶液(400 g/L)。

33.4 甲基汞标准液:准确称取 0.125 2 g 氯化甲基汞,置于 100 mL 容量瓶中,用少量乙醇溶解,用水稀释至刻度,此溶液每毫升相当于 1.0 mg 甲基汞,放置冰箱保存。

33.5 甲基汞标准使用液:吸取 1.0 mL 甲基汞标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加少量乙醇,用水稀释至刻度,此溶液每毫升相当于 10 μg 甲基汞,再吸取此溶液 1.0 mL,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。此溶液每毫升相当于 0.10 μg 甲基汞,临时时新配。

中华人民共和国  
国家标准  
食品中总汞及有机汞的测定  
GB/T 5009.17—2003

\*  
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.bzcs.com  
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 1 字数 26 千字  
2004 年 8 月第一版 2004 年 8 月第一次印刷  
\*  
书号: 155066·1-21421 定价 12.00 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

- 27.2 苯:色谱上无杂峰,否则应重蒸馏纯化。
- 27.3 无水硫酸钠:用苯提取,浓缩液在色谱上无杂峰。
- 27.4 盐酸(1+5):取优级纯盐酸,加等体积水,恒沸蒸馏,蒸出盐酸为(1+1),稀释配制。
- 27.5 氯化铜溶液(42.5 g/L)。
- 27.6 氢氧化钠溶液(40 g/L):称取 40 g 氢氧化钠加水稀释至 1 000 mL。
- 27.7 盐酸(1+11):取 83.3 mL 盐酸(优级纯)加水稀释至 1 000 mL。
- 27.8 淋洗液(pH3.0~3.5):用盐酸(1+11)调节水的 pH 为 3.0~3.5。
- 27.9 巯基棉:在 250 mL 具塞锥形瓶中依次加入 35 mL 乙酸酐,16 mL 冰乙酸、50 mL 硫代乙醇酸、0.15 mL 硫酸、5 mL 水,混匀,冷却后,加入 14 g 脱脂棉,不断翻压,使棉花完全浸透,将塞盖好,置于恒温培养箱中,在(37±0.5)℃保温 4 天(注意切勿超过 40℃),取出后用水洗至近中性,除去水分后平铺于瓷盘中,再在(37±0.5)℃恒温箱中烘干,成品放入棕色瓶中,放置冰箱保存备用(使用前,应先测定巯基棉对甲基汞的吸附效率为 95%以上方可使用)。
- 注:所有试剂用苯萃取,萃取液不应在气相色谱上出现甲基汞的峰。
- 27.10 甲基汞标准溶液:准确称取 0.125 2 g 氯化甲基汞,用苯溶解于 100 mL 容量瓶中,加苯稀释至刻度,此溶液每毫升相当于 1.0 mg 甲基汞。放置冰箱保存。
- 27.11 甲基汞标准使用液:吸取 1.0 mL 甲基汞标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用苯稀释至刻度。此溶液每毫升相当于 10 μg 甲基汞。取此溶液 1.0 mL,置于 100 mL 容量瓶中,用盐酸(1+5)稀释至刻度,此溶液每毫升相当于 0.10 μg 甲基汞,临用时新配。
- 27.12 甲基橙指示液(1 g/L)。

## 28 仪器

- 28.1 气相色谱仪:附<sup>63</sup>Ni 电子捕获鉴定器或氡源电子捕获检定器。
- 28.2 酸度计。
- 28.3 离心机:带 50 mL~80 mL 离心管。
- 28.4 巯基棉管:用内径 6 mm、长度 20 cm,一端拉细(内径 2 mm)的玻璃滴管内装 0.1 g~0.15 g 巯基棉,均匀填塞,临用现装。
- 28.5 玻璃仪器:均用硝酸(1+20)浸泡一昼夜,用水冲洗干净。

## 29 分析步骤

### 29.1 气相色谱参考条件

- 29.1.1 <sup>63</sup>Ni 电子捕获鉴定器:柱温 185℃,鉴定器温度为 260℃,汽化室温度 215℃。
- 29.1.2 氡源电子捕获鉴定器:柱温 185℃,鉴定器温度为 190℃,汽化室温度 185℃。
- 29.1.3 载气:高纯氮,流量为 60 mL/min(选择仪器的最佳条件)。
- 29.1.4 色谱柱:内径 3 mm,长 1.5 m 的玻璃柱,内装涂有质量分数为 7%的丁二酸乙二醇聚酯(PEGS)或涂质量分数为 1.5%的 OV-17 和 1.95% QF-1 或质量分数为 5%的丁二酸二乙二醇酯(DEGS)固定液的 60 目~80 目 chromosorb WAWDMCS。

### 29.2 测定

29.2.1 称取 1.00 g~2.00 g 去皮去刺绞碎混匀的鱼肉(称取 5 g 虾仁,研碎),加入等量氯化钠,在乳钵中研成糊状,加入 0.5 mL 氯化铜溶液(42.5 g/L),轻轻研匀,用 30 mL 盐酸(1+11)分次完全转入 100 mL 带塞锥形瓶中,剧烈振荡 5 min,放置 30 min(也可用振荡器振摇 30 min),样液全部转入 50 mL 离心管中,用 5 mL 盐酸(1+11)淋洗锥形瓶,洗液与样液合并,离心 10 min(转速为 2 000 r/min),将上清液全部转入 100 mL 分液漏斗中,于残渣中再加 10 mL 盐酸(1+11),用玻璃棒搅拌均匀后再离心,合并两份离心溶液。

## 前 言

本标准代替 GB/T 5009.17—1996《食品中总汞的测定方法》和 GB/T 5009.45—1996《水产品卫生标准的分析方法》中 4.6 甲基汞。

本标准与 GB/T 5009.17—1996 和 GB/T 5009.45—1996《水产品卫生标准的分析方法》中 4.6 甲基汞相比主要修改如下:

- 修改了标准的中文名称,标准中文名称改为《食品中总汞及有机汞的测定》;
- 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总汞的测定中的第一法;
- 将 GB/T 5009.45—1996《水产品卫生标准的分析方法》中 4.6 甲基汞作为甲基汞的测定。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准总汞的测定第一法由卫生部食品卫生监督检验所,北京市食品卫生监督检验所、四川省食品卫生监督检验所、北京进口食品卫生监督检验所参加起草。

本标准总汞的测定第二法(一)由上海市食品卫生监督检验所、中国预防医学科学院营养与食品卫生研究所、卫生部食品卫生监督检验所负责起草。

本标准总汞的测定第二法(二)由卫生部食品卫生监督检验所负责起草。

本标准总汞的测定第三法由江苏省卫生防疫站负责起草。

本标准甲基汞的测定由上海市食品卫生监督检验所、江苏省卫生防疫站、杭州市卫生防疫站、卫生部食品卫生监督检验所、青海省卫生防疫站、福建省卫生学校负责起草。

本标准总汞的测定第一法主要起草人:杨惠芬、黄流生、毛红、强卫国、闫军。

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。