



中华人民共和国国家标准

GB 5009.16—2014

GB 5009.16—2014

食品安全国家标准

食品中锡的测定

中华人民共和国
国家标准
食品安全国家标准
食品中锡的测定
GB 5009.16—2014

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946
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 16 千字
2015年7月第一版 2015年7月第一次印刷

*

书号: 155066·1-49849 定价 16.00 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)68510107



GB 5009.16—2014

2015-01-28 发布

2015-07-28 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 5009.16—2003《食品中锡的测定》。

本标准与 GB/T 5009.16—2003 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 食品中锡的测定”;
- 修改了标准溶液配制;
- 增加了罐头食品的试样制备方法;
- 修改了仪器测定部分的描述;
- 增加了方法定量限;
- 修改了方法检出限;
- 修改了计算公式。

10 试剂和材料

注：除特别注明外，本方法所使用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的三级水。

10.1 试剂

- 10.1.1 酒石酸($C_4H_4O_6H_2$)。
- 10.1.2 抗坏血酸($C_6H_8O_6$)。
- 10.1.3 酚酞($C_{20}H_{14}O_4$)。
- 10.1.4 氨水(NH_4OH)。
- 10.1.5 硫酸(H_2SO_4)。
- 10.1.6 乙醇(C_2H_5OH)。
- 10.1.7 甲醇(CH_3OH)。
- 10.1.8 苯酚酮($C_{19}H_{12}O_5$)。
- 10.1.9 动物胶(明胶)。

10.2 试剂配制

- 10.2.1 酒石酸溶液(100 g/L)：称取 100 g 酒石酸溶于 1 L 水中。
- 10.2.2 抗坏血酸溶液(10.0 g/L)：称取 10.0 g 抗坏血酸溶于 1 L 水，临用时配制。
- 10.2.3 动物胶溶液(5.0 g/L)：称取 5.0 g 动物胶溶于 1 L 水，临用时配制。
- 10.2.4 氨溶液(1+1)：量取 100 mL 氨水加入 100 mL 水中，混匀。
- 10.2.5 硫酸溶液(1+9)：量取 10 mL 硫酸，搅拌下缓缓倒入 90 mL 水中，混匀。
- 10.2.6 苯酚酮溶液(0.1 g/L)：称取 0.01 g(精确至 0.001 g)苯酚酮加少量甲醇及硫酸数滴溶解，以甲醇稀释至 100 mL。
- 10.2.7 酚酞指示液(10.0 g/L)：称取 1.0 g 酚酞，用乙醇溶解至 100 mL。

10.3 标准品

金属锡(Sn)标准品，纯度为 99.99%或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

10.4 标准溶液的配制

- 10.4.1 锡标准溶液(1.0 mg/mL)：准确称取 0.1 g(精确至 0.000 1 g)金属锡，置于小烧杯中，加入 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，慢慢加入 50 mL 水，移入 100 mL 容量瓶中，用硫酸溶液(1+9)多次洗涤烧杯，洗液并入容量瓶中，并稀释至刻度，混匀。
- 10.4.2 锡标准使用液：吸取 10.0 mL 锡标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，以硫酸溶液(1+9)稀释至刻度，混匀。如此再次稀释至每毫升相当于 10.0 μ g 锡。

11 仪器和设备

- 11.1 分光光度计。
- 11.2 电子天平：感量为 0.1 mg 和 1 mg。

12 分析步骤

12.1 试样制备

- 12.1.1 试样消化，同 5.2.1。

食品安全国家标准

食品中锡的测定

1 范围

本标准规定了食品中锡的氢化物原子荧光光谱法和苯酚酮比色法的测定方法。
本标准适用于罐装固体食品、罐装饮料、罐装果酱、罐装婴幼儿配方及辅助食品中锡的测定。

第一法 氢化物原子荧光光谱法

2 原理

试样经消化后，在硼氢化钠的作用下生成锡的氢化物(SnH_4)，并由载气带入原子化器中进行原子化，在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，与标准系列溶液比较定量。

3 试剂和材料

注：除特别注明外，本方法所使用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的二级水。

3.1 试剂

- 3.1.1 硫酸(H_2SO_4)：优级纯。
- 3.1.2 硝酸(HNO_3)：优级纯。
- 3.1.3 高氯酸($HClO_4$)：优级纯。
- 3.1.4 硫脲(CH_4N_2S)。
- 3.1.5 抗坏血酸($C_6H_8O_6$)。
- 3.1.6 硼氢化钠($NaBH_4$)。
- 3.1.7 氢氧化钠($NaOH$)。

3.2 试剂配制

- 3.2.1 硝酸-高氯酸混合溶液(4+1)：量取 400 mL 硝酸和 100 mL 高氯酸，混匀。
- 3.2.2 硫酸溶液(1+9)：量取 100 mL 硫酸倒入 900 mL 水中，混匀。
- 3.2.3 硫脲(150 g/L)+抗坏血酸(150 g/L)混合溶液：分别称取 15.0 g 硫脲和 15.0 g 抗坏血酸溶于水中，并稀释至 100 mL，置于棕色瓶中避光保存或临用时配制。
- 3.2.4 氢氧化钠溶液(5.0 g/L)：称取氢氧化钠 5.0 g 溶于 1 000 mL 水中。
- 3.2.5 硼氢化钠溶液(7.0 g/L)：称取 7.0 g 硼氢化钠，溶于氢氧化钠溶液中，临用时配制。

3.3 标准品

金属锡(Sn)标准品，纯度为 99.99%或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。