

# SN

## 中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN/T 0393—95

---

### 出口水产品中汞含量检验方法

Method for the inspection of mercury in fishery products for export

1995-12-25 发布

1996-05-01 实施

---

中华人民共和国国家进出口商品检验局 发布

# 中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN/T 0393—95

## 出口水产品中汞含量检验方法

代替 ZB B50 002—85

Method for the inspection of mercury in fishery products for export

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口水产品中汞含量检验的抽样、制样和冷原子吸收测定方法。

本标准适用于出口水产品中汞含量的检验。

### 2 抽样和制样

#### 2.1 检验批

以不超过 10 000 箱为一检验批。同一检验批的商品应具有相同的特征,如:包装、标记、产地、规格和等级等。

#### 2.2 抽样数量

批量,箱		最低抽样数,箱
冷冻品	活品、盐藏品	
150 及以下	90 及以下	3
151~3 200	91~500	3
3 201~10 000	501~1 200	13
—	1 201~10 000	20

#### 2.3 抽样方法

按 2.2 规定的抽样箱数随机抽取逐件开启。每箱至少取 500 g 作为原始样品。原始样品总量不得少于 2 kg,加封后,标明标记,及时送实验室。

#### 2.4 试样制备

将抽取的样品去鳞、去骨后,将所有可食部分充分搅碎和混匀,然后用四分法缩分出 500 g,装入洁净容器内,作为试样,密封,标明标记。

#### 2.5 试样保存

将试样于-18℃冷冻保存。

注:在抽样和制样的过程中,必须防止样品受到污染或发生任何变化。

### 3 测定方法

#### 3.1 五氧化二钒湿式消化冷原子吸收法(仲裁法)

##### 3.1.1 方法提要

样品加浓硝酸和五氧化二钒在砂浴上预分解,再加入浓硫酸加热消化至完全。吸取样液用测汞仪测汞的最大吸收值。从标准曲线上查得汞的含量。

##### 3.1.2 试剂和材料

中华人民共和国国家进出口商品检验局 1995-12-25 批准

1996-05-01 实施

除特殊规定外,试剂均为分析纯,水为蒸馏水或离子交换水。

- 3.1.2.1 浓硝酸。
- 3.1.2.2 3 mol/L 硝酸溶液:量取 187.5 mL 浓硝酸与 812.5 mL 水混合均匀。
- 3.1.2.3 浓硫酸。
- 3.1.2.4 2.7 mol/L 硫酸溶液:量取 150 mL 浓硫酸徐徐倒入 850 mL 水中混匀。
- 3.1.2.5 1%硫酸溶液:量取 1 mL 浓硫酸倒入 100 mL 水中混匀。
- 3.1.2.6 5%高锰酸钾溶液:称取 5 g 高锰酸钾(优级纯)溶于 100 mL 水中。
- 3.1.2.7 10%盐酸羟胺溶液:称取 10 g 盐酸羟胺溶解于 100 mL 水中。
- 3.1.2.8 1%硝酸银溶液:称取 1.00 g 硝酸银加少量水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,盛于棕色试剂瓶中。
- 3.1.2.9 20%氯化亚锡溶液:称取 10 g 氯化亚锡溶于 20 mL 浓盐酸中,用水稀释至 50 mL。
- 3.1.2.10 无水氯化钙或硅胶。
- 3.1.2.11 五氧化二钒。
- 3.1.2.12 标准汞贮备液(100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):准确称取 0.135 4 g 氯化汞(优级纯)于 50 mL 烧杯中,用 3 mol/L 硝酸溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,用 3 mol/L 硝酸溶液稀释至刻度。
- 3.1.2.13 标准汞稀释液(1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):准确吸取 1 mL 标准汞贮备液于 100 mL 容量瓶中,用 1%硫酸溶液稀释至刻度。
- 3.1.2.14 标准汞工作液(0.1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):准确吸取 10 mL 标准汞稀释液于 100 mL 容量瓶中,用 1%硫酸溶液稀释至刻度(用时现配)。
- 3.1.3 仪器和设备
- 3.1.3.1 测汞仪或原子吸收分光光度计(附测汞装置)。
- 3.1.3.2 记录仪。
- 3.1.3.3 反应瓶。
- 3.1.3.4 100 mL 容量瓶。
- 3.1.3.5 100 mL 平底长颈瓶。
- 3.1.3.6 砂浴电炉。
- 3.1.3.7 高速组织捣碎机。
- 3.1.4 测定步骤
- 3.1.4.1 样品处理

称取 2.0 g 样品于 100 mL 平底长颈瓶(可用 100 mL 容量瓶代替)中,加 8 mL 浓硝酸和 50 mg 五氧化二钒,置 140~150℃砂浴上预分解 10 min 左右,取下稍冷却后,加入 15 mL 浓硫酸,在上述温度砂浴上加热消化 20 min。取下稍冷,加入 10 mL 水,再加热 30 min。冷却后,加入 10 mL 水,滴加 5%高锰酸钾溶液至颜色不褪,放置数分钟,滴加 10%盐酸羟胺溶液使高锰酸钾紫色褪去。移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀待测。同时做一空白试验。

#### 3.1.4.2 标准曲线的绘制

精确吸取标准工作液 0.0, 0.1, 0.3, 0.6, 0.9, 1.2, 1.5 mL(相当于 0.00, 0.01, 0.03, 0.06, 0.09, 0.12, 0.15  $\mu\text{g}$  汞)分别加入反应瓶内,再加入 20 mL 2.7 mol/L 硫酸溶液, 2 mL 20%氯化亚锡溶液,立即将瓶塞塞紧,振摇半分钟,开启测汞仪和记录仪,记录最大吸收值。以吸收值(A)为纵坐标,汞含量(C)为横坐标,绘制标准曲线。

#### 3.1.4.3 样品测定

吸取待测样品液 20 mL 于反应瓶中(如果样品是海带,再加 5 滴 1%硝酸银溶液),加入 2 mL 20%氯化亚锡溶液,立即将瓶塞塞紧,振摇半分钟,开启测汞仪和记录仪,记录最大吸收值。从标准曲线上查得汞的含量。