

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.215—2008

食品中有机锡含量的测定

Determination of organotins in foods

2008-12-03 发布

2009-03-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食 品 中 有 机 锡 含 量 的 测 定
GB/T 5009.215—2008

*

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.spc.net.cn

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 0.75 字数 14 千字
2009年4月第一版 2009年4月第一次印刷

*

书号: 155066·1-36567

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

前 言

根据《中华人民共和国食品卫生法》制定本标准。

本标准的附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由中华人民共和国卫生部负责解释。

本标准负责起草单位：中国疾病预防控制中心营养与食品安全所、中国科学院生态环境研究中心。

本标准参加起草单位：中国检验检疫科学研究院、首都医科大学、烟台大学、福建省疾病预防控制中心、北京疾病预防控制中心。

本标准主要起草人：吴永宁、赵云峰、江桂斌、赵孔祥、凌云、封锦芳、付武胜、李志军、邵兵。

食品中有机锡含量的测定

1 范围

本标准规定了气相色谱-脉冲火焰光度检测器检测食品中有机锡含量的方法。

本标准适用于鱼类、贝类、葡萄酒和酱油等样品中二甲基锡、三甲基锡、一丁基锡、二丁基锡、三丁基锡、一苯基锡、二苯基锡、三苯基锡的测定。

本标准测定食品样品的定量限($\mu\text{g}/\text{kg}$)为:二甲基锡 0.5、三甲基锡 1.2、一丁基锡 1.5、二丁基锡 0.5、三丁基锡 0.6、一苯基锡 1.7、二苯基锡 0.8、三苯基锡 0.8。方法的检测限及定量限与所使用仪器的灵敏度、取样量以及干扰水平等多种因素有关。

2 原理

本标准分别以一甲基锡为单取代有机锡的内标,三丙基锡为二、三取代有机锡的内标,采用内标法定量。在试样中定量加入一甲基锡和三丙基锡内标,超声辅助有机锡析出,有机溶剂萃取,提取后的样品溶液经凝胶渗透色谱净化、戊基格林试剂衍生、衍生化产物再经弗罗里硅土(Florisil)净化,采用气相色谱-脉冲火焰光度检测器(GC-PFPD)测定。

3 试剂

- 3.1 正己烷($n\text{-C}_6\text{H}_{14}$):分析纯,重蒸。
- 3.2 四氢呋喃($\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2$):分析纯,重蒸。
- 3.3 乙酸乙酯($\text{CH}_3\text{COOC}_2\text{H}_5$):分析纯,重蒸。
- 3.4 环己烷(C_6H_{12}):分析纯,重蒸。
- 3.5 甲醇(CH_3OH):分析纯。
- 3.6 乙醚($\text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_5$):分析纯,重蒸。
- 3.7 溴代正戊烷($n\text{-C}_5\text{H}_{12}\text{Br}$):分析纯,重蒸。
- 3.8 无水硫酸钠(Na_2SO_4):将无水硫酸钠置干燥箱中,于 $120\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥 4 h,冷却后,密闭保存。
- 3.9 氯化钠(NaCl):分析纯。
- 3.10 浓硫酸(H_2SO_4):优级纯。
- 3.11 浓盐酸(HCl):优级纯。
- 3.12 氢溴酸(HBr):分析纯。
- 3.13 乙二胺四乙酸钠(EDTANa):分析纯。
- 3.14 金属钠(Na):分析纯。
- 3.15 镁条(Mg):分析纯。
- 3.16 环庚三烯酚酮(tropolone):分析纯,98%。
- 3.17 0.03%环庚三烯酚酮-正己烷溶液:量取正己烷 100 mL,加入 0.03 g 环庚三烯酚酮混匀。
- 3.18 20%氯化钠溶液:称取氯化钠 100 g,加入去离子水 400 mL,摇匀。
- 3.19 饱和氯化钠溶液:在 100 mL 去离子水中加入过量氯化钠,水浴使溶解,恢复室温后要求有结晶析出。
- 3.20 甲醇-水(4+1)溶液:取甲醇适量,制备甲醇-水(4+1)溶液,并根据每 1 mL 甲醇加 $1\ \mu\text{L}$ 盐酸的要求,加入盐酸,制得含盐酸的甲醇-水(4+1)溶液。
- 3.21 弗罗里硅土(Florisil):60 目~100 目, $120\text{ }^\circ\text{C}$ 烘烤 12 h。