ICS 67.180.20
CCS X 11

中华人民共和国国家标准

GB/T 20380.2—202×
代替 GB/T 20380.2—2006

淀粉及其制品　重金属含量 第2部分：氢化物发生原子荧光光谱法测定汞含量

Starch and derived products—Heavy metals content—Part 2: Determination of mercury content by Hydride generation atomic fluorescence spectrometry

（ISO 11212-2:1997，Starch and derived products—Heavy metals content—Part 2: Determination of mercury content by atomic absorption spectrometry，MOD）

××××-××-××发布　　××××-××-××实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会　发布

目　　次

前言 …… Ⅲ
引言 …… Ⅴ
1　范围 …… 1
2　规范性引用文件 …… 1
3　术语和定义 …… 1
4　原理 …… 1
5　试剂和材料 …… 1
6　仪器和设备 …… 2
7　分析步骤 …… 2
8　计算结果与表述 …… 3
9　精密度 …… 3
10　试验报告 …… 4
附录 A（资料性）　微波消解升温程序的参考条件 …… 5

前　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则　第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是GB/T 20380《淀粉及其制品　重金属含量》的第2部分。GB/T 20380已经发布了以下部分：

——第1部分：原子荧光光谱法测定砷含量；

——第2部分：氢化物发生原子荧光光谱法测定汞含量；

——第4部分：石墨炉原子吸收光谱法测定镉含量。

本文件代替GB/T 20380.2—2006《淀粉及其制品　重金属含量　第2部分：原子吸收光谱法测定汞含量》，与GB/T 20380.2—2006相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a) 用氢化物发生原子荧光光谱法代替了原子吸收光谱法；

b) 更改了标准适用范围为淀粉及其制品、衍生物和副产物（见第1章，2006年版的第1章）；

c) 更改了样品前处理方式为微波消解（见7.2，2006年版的6.2）；

d) 增加了检出限和定量限（见9.3）。

本文件修改采用ISO 11212-2：1997《淀粉及其制品　重金属含量　第2部分：原子吸收光谱法测定汞含量》。

本文件与ISO 11212-2：1997相比做了下述结构调整：

——增加了第2章“规范性引用文件”，后续章条号顺延。

本文件与ISO 11212-2：1997的技术差异及原因如下：

a) 用氢化物发生原子荧光光谱法代替了原子吸收光谱法，由此引起原理、试剂和材料、仪器和设备、分析步骤、结果计算与表述的变化（见第4章～第8章），以适应我国的技术条件，增加可操作性；

b) 删除了“汞含量”的术语和定义见ISO 11212-2：1997的2.1，其相关内容已在第8章阐述；

c) 用规范性引用的GB/T 6682规定的一级水替代了蒸馏水或纯洁水（见第5章），以适应我国的技术条件，增加可操作性；

d) 用规范性引用的GB/T 602标准溶液配制替代了金属或金属盐溶解制取（见5.3），以适应我国的技术条件，增加可操作性；

e) 用微波消解替代了索氏提取消化（见7.2），增加可操作性；

f) 结果报出单位以毫克每千克（mg/kg）替代了微克每千克（μg/kg）（见第8章），以配套我国限量标准要求，增加可操作性。

本文件做了下列编辑性改动：

——标准名称改为《淀粉及其制品　重金属含量　第2部分：氢化物发生原子荧光光谱法测定汞含量》；

——删除了“附录A（资料性）不同实验室间的试验结果”，并增加了资料性附录A“微波消解升温程序的参考条件”。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国商业联合会提出。

本文件由全国食用淀粉及淀粉衍生物标准化技术委员会（SAC/TC 552）归口。

本文件起草单位：北京市食品检验研究院（北京市食品安全监控和风险评估中心）、江南大学、浙大

宁波理工学院、杭州普罗星淀粉有限公司、中国商业联合会。

本文件主要起草人：林立、顾正彪、洪雁、孙海波、李令金、刘婷、仇丹、姜洁、李保英、耿健强、于晓瑾、鲁振。

本文件及其所代替文件的历次版本发布的情况为：

——2006 年首次发布为 GB/T 20380.2—2006。

——本次为第一次修订。

引　言

本文件为淀粉及其制品、衍生物和副产物中典型的有毒有害元素的系列检测方法，其目的是科学地评价产品质量，建立风险管控体系，服务食品安全和淀粉产业发展。

考虑到淀粉及其制品中砷、汞和镉含量的检测过程中，在样品前处理、测定条件和检测准确性控制等方面存在显著差异，为便于标准的使用与执行，GB/T 20380《淀粉及其制品　重金属含量》将淀粉及其制品中砷、汞和镉含量的检测方法按元素划分为三个独立部分，共同构成完整的测定方法体系，拟由以下三部分构成。

——第1部分：原子荧光光谱法测定砷含量。目的在于针对淀粉及其制品、衍生物和副产物等不同基质中砷的物理化学性质，建立适用的检测方法。

——第2部分：氢化物发生原子荧光光谱法测定汞含量。目的在于针对淀粉及其制品、衍生物和副产物等不同基质中汞的物理化学性质，建立适用的检测方法。

——第4部分：石墨炉原子吸收光谱法测定镉含量，目的在于针对淀粉及其制品、衍生物和副产物等不同基质中镉的物理化学性质，建立适用的检测方法。

淀粉及其制品　重金属含量
第2部分:氢化物发生原子荧光光谱法测定汞含量

1　范围

本文件描述了采用氢化物发生原子荧光光谱法测定淀粉及其制品、衍生物和副产物中汞的方法。

本文件适用于淀粉及其制品、衍生物和副产物中汞的测定。

2　规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 602　化学试剂　杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 6682　分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987, MOD)

3　术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4　原理

试样经酸加热消解后,在盐酸介质中,试样中汞被硼氢化钠还原成原子态汞,由载气(氩气)带入原子化器中,在汞空心阴极灯照射下,基态汞原子被激发至高能态,由高能态回到基态时,发射出特征波长的荧光,其荧光强度在固定条件下与被测液中的汞浓度成正比,外标法定量。

5　试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为优级纯,水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1　试剂

5.1.1　硝酸(HNO_3)。

5.1.2　盐酸(HCl)。

5.1.3　氢氧化钠(NaOH)。

5.1.4　硼氢化钠($NaBH_4$):分析纯。

5.2　试剂配制

5.2.1　氢氧化钠溶液(2 g/L):称取2.0 g氢氧化钠,用水溶解并稀释至1 000 mL,混匀。

5.2.2 硼氢化钠溶液(5 g/L):称取5.0 g硼氢化钠,用氢氧化钠溶液(5.2.1)溶解并稀释至1 000 mL,混匀。临用现配。

5.2.3 盐酸溶液(2+98):量取20 mL盐酸,缓慢加入980 mL水中,混匀。

5.3 标准品

汞标准溶液(100 mg/L):国家有证标准样品/标准物质,或用已知纯度的金属或金属盐按GB/T 602配制。

5.4 标准溶液配制

5.4.1 汞标准中间液(10 mg/L):准确吸取10.0 mL汞标准溶液(5.3)于100 mL容量瓶中,用盐酸溶液(5.2.3)定容至刻度,混匀。于2 ℃～8 ℃冰箱中避光保存,有效期为12个月。

5.4.2 汞标准使用液(0.1 mg/L):准确吸取1.00 mL汞标准中间液(5.4.1)于100 mL容量瓶中,用盐酸溶液(5.2.3)定容至刻度,混匀。临用现配。

5.4.3 汞标准工作液:分别吸取0 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL汞标准使用液(5.4.2)于100 mL容量瓶中,用盐酸溶液(5.2.3)定容至刻度,混匀。制成质量浓度分别为0 μg/L、0.1 μg/L、0.2 μg/L、0.5 μg/L、1.0 μg/L、2.0 μg/L的系列标准工作溶液,临用现配。或采用仪器自动稀释。

注:汞标准工作液的质量浓度可适当调整。

6 仪器和设备

6.1 微波消解系统:配有聚四氟乙烯消解内罐;或等效消解装置。

6.2 原子荧光光谱仪:配有汞空心阴极灯。

6.3 电子天平:感量为1 mg。

6.4 高速粉碎机。

6.5 超声波清洗器。

注:玻璃器皿及聚四氟乙烯消解内罐均需以硝酸溶液(1+4)浸泡24 h,用自来水反复冲洗,最后用水冲洗干净。

7 分析步骤

7.1 样品处理

粉条、拉皮、薯渣等固体样品粉碎均匀;淀粉、麦芽糊精等粉状样品混匀;液体样品摇匀;密封保存备用。

7.2 微波消解

称取样品约1.0 g(精确至0.001 g)于微波消解管中,加入2.5 mL～3 mL硝酸(消解内罐液体体积未满足仪器要求的,可用水补充),旋紧罐盖,按照微波消解仪的标准操作步骤进行消解(微波消解参考条件见附录A中表A.1)。冷却至室温后取出,缓慢打开罐盖排气,将消解罐放在超声波清洗器中,超声3 min～6 min赶去棕色气体,用水将消化液转移至10 mL比色管或容量瓶中,加入0.2 mL盐酸,用水定容至刻度,混匀。同时做空白试验。

7.3 仪器参考条件

汞空心阴极灯电流:15 mA;负高压:270 V;载气和屏蔽气:氩气;载气流速:400 mL/min;屏蔽气流

速：1 000 mL/min。测量方式：荧光强度。可根据各自仪器性能调至最佳状态。

7.4 标准曲线的制作

仪器预热稳定后，连续用盐酸溶液(5.2.3)进样，待读数稳定后，转入汞标准工作液(5.4.3)测量，按由低到高浓度顺序测定标准溶液的荧光强度，以汞的质量浓度为横坐标，荧光强度为纵坐标，绘制标准曲线，得到回归方程。

7.5 试样溶液的测定

在测定标准曲线相同的试验条件下，先用盐酸溶液(5.2.3)进样，使读数基本回零，分别将处理好的空白溶液和试样溶液分别引入仪器进行测定，根据回归方程得到汞元素的质量浓度。若测定结果超出标准曲线范围，用盐酸溶液(5.2.3)稀释至标准曲线范围内再测定。

8 计算结果与表述

试样中汞含量按公式(1)计算：

$$X=\frac{(\rho-\rho_0)\times V\times f}{m\times 1\,000} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

X ——试样中汞的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

ρ ——试样溶液中汞的质量浓度，单位为微克每升(μg/L)；

ρ_0 ——空白溶液中汞的质量浓度，单位为微克每升(μg/L)；

V ——试样消化液的定容体积，单位为毫升(mL)；

f ——稀释倍数；

m ——试样称样量，单位为克(g)；

1 000 ——换算系数。

当汞含量大于或等于 0.1 mg/kg 时，计算结果保留 3 位有效数字；当汞含量小于 0.1 mg/kg，计算结果保留 2 位有效数字。

9 精密度

9.1 重复性

试样中汞含量大于 0.1 mg/kg 时，在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10%；试样中汞含量小于或等于 0.1 mg/kg 且大于 0.01 mg/kg 时，在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 15%；试样中汞含量小于或等于 0.01 mg/kg 时，在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 20%。

9.2 再现性

试样中汞含量大于 0.1 mg/kg 时，在再现性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 15%；试样中汞含量小于或等于 0.1 mg/kg 且大于 0.01 mg/kg 时，在再现性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 20%；试样中汞含量小于或等于 0.01 mg/kg 时，在再现性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 30%。

9.3 其他

当称样量为1.0 g,定容体积为10 mL时,本方法的检出限为0.002 mg/kg,定量限为0.005 mg/kg。

10 试验报告

试验报告应包括但不限于如下内容:

——样品名称及检验项目;

——测定方法及仪器型号;

——测定过程设定参数;

——试验中涉及的其他条件;

——试验得到的结果。

附 录 A
（资料性）
微波消解升温程序的参考条件

微波消解升温程序的参考条件见表 A.1。

表 A.1 微波消解升温程序的参考条件

步骤	温度/℃	升温时间/min	保温时间/min
1	120	5	5
2	160	5	10
3	190	5	25