

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.11—2003
代替 GB/T 5009.11—1996

食品中总砷及无机砷的测定

Determination of total arsenic and abio-arsenic in foods

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食 品 中 总 砷 及 无 机 砷 的 测 定
GB/T 5009.11—2003

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

<http://www.bzchs.com>

电话:63787337、63787447

2004年8月第一版 2004年11月电子版制作

*

书号: 155066·1-21415

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

本标准代替 GB/T 5009.11—1996《食品中总砷的测定方法》。

本标准与 GB/T 5009.11—1996 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《食品中总砷及无机砷的测定》;
- 增加了总砷的测定;
- 增加了无机砷的测定;
- 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。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准总砷的测定第一法由四川省食品卫生监督检验所和卫生部食品卫生监督检验所负责起草,北京市卫生防疫站、北京进口食品卫生监督检验所参加起草。

本标准总砷的测定第二法由中国预防医学科学院营养与食品卫生研究所、青海省卫生防疫站负责起草。

本标准总砷的测定第三法由卫生部食品卫生监督检验所负责起草。

本标准总砷的测定第四法由华西医科大学负责起草。

本标准无机砷的测定第一法由卫生部食品卫生监督检验所负责起草,吉林省卫生防疫站、广东省食品卫生监督检验所、安徽省卫生防疫站参加起草。

本标准无机砷的测定第二法由江苏省疾病预防控制中心负责起草,安徽省卫生防疫站、南京市卫生防疫站参加起草。

本标准总砷的测定第一法主要起草人:强卫国、杨惠芬、毛红、阎军。

本标准无机砷的测定第一法主要起草人:杨惠芬、顾微、边疆、梁春穗、胡家英。

本标准无机砷的测定第二法主要起草人:仓公敖、滕小沛、吉钟山、丁刚、胡家英。

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。

食品中总砷及无机砷的测定

总砷的测定

1 范围

本标准规定了各类食品中总砷的测定方法。

本标准适用于各类食品中总砷的测定。

本方法检出限:氢化物原子荧光光度法:0.01 mg/kg,线性范围为0 ng/mL~200 ng/mL;

银盐法:0.2 mg/kg;砷斑法:0.25 mg/kg;硼氢化物还原比色法:0.05 mg/kg。

第一法 氢化物原子荧光光度法

2 原理

食品试样经湿消解或干灰化后,加入硫脲使五价砷预还原为三价砷,再加入硼氢化钠或硼氢化钾使还原生成砷化氢,由氬气载入石英原子化器中分解为原子态砷,在特制砷空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光,其荧光强度在固定条件下与被测液中的砷浓度成正比,与标准系列比较定量。

3 试剂

3.1 氢氧化钠溶液(2 g/L)。

3.2 硼氢化钠(NaBH_4)溶液(10 g/L):称取硼氢化钠 10.0 g,溶于 2 g/L 氢氧化钠溶液 1 000 mL 中,混匀。此液于冰箱可保存 10 天,取出后应当日使用(也可称取 14 g 硼氢化钾代替 10 g 硼氢化钠)。

3.3 硫脲溶液(50 g/L)。

3.4 硫酸溶液(1+9):量取硫酸 100 mL,小心倒入水 900 mL 中,混匀。

3.5 氢氧化钠溶液(100 g/L)(供配制砷标准溶液用,少量即够)。

3.6 砷标准溶液

3.6.1 砷标准储备液:含砷 0.1 mg/mL。精确称取于 100℃ 干燥 2 h 以上的三氧化二砷(As_2O_3) 0.132 0 g,加 100 g/L 氢氧化钠 10 mL 溶解,用适量水转入 1 000 mL 容量瓶中,加(1+9)硫酸 25 mL,用水定容至刻度。

3.6.2 砷使用标准液:含砷 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。吸取 1.00 mL 砷标准储备液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。此液应当日配制使用。

3.7 湿消解试剂:硝酸、硫酸、高氯酸。

3.8 干灰化试剂:六水硝酸镁(150 g/L)、氯化镁、盐酸(1+1)。

4 仪器

原子荧光光度计。

5 分析步骤

5.1 试样消解

5.1.1 湿消解:固体试样称样 1 g~2.5 g,液体试样称样 5 g~10 g(或 mL)(精确至小数点后第二位),置入 50 mL~100 mL 锥形瓶中,同时做两份试剂空白。加硝酸 20 mL~40 mL,硫酸 1.25 mL,摇匀后放置过夜,置于电热板上加热消解。若消解液处理至 10 mL 左右时仍有未分解物质或色泽变深,取下