



中华人民共和国国家标准

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

GB/T 5009.11—2003

GB/T 5009.11—2003

纱布过滤,用 20 mL~30 mL 水洗涤锥形瓶及滤渣,合并滤液于测砷锥形瓶中,使总体积约为 50 mL 左右。

38.1.2 蔬菜、水果:称取 1.00 g~10.00 g 打成匀浆或剁成碎末的试样,置 100 mL 具塞锥形瓶中加入等量的浓盐酸,再加入 10 mL~20 mL 盐酸溶液,以下按 38.1.1 自“置 70℃水浴……”起依法操作。

38.1.3 肉类及水产品:称取 1.00 g~10.00 g 试样,加入少量盐酸溶液(1+1),在研钵中研磨成糊状,用 30 mL 盐酸溶液(1+1)分次转入 100 mL 具塞锥形瓶中,以下按 38.1.1 自“置 70℃水浴……”起依法操作。

38.1.4 液体食品:吸取 10.0 mL 试样置测砷瓶中,加入 30 mL 水,20 mL 盐酸溶液(1+1)。

38.2 标准系列制备

吸取 0,1.0,3.0,5.0,7.0,9.0 mL 砷标准使用液(相当 0,1.0,3.0,5.0,7.0,9.0 μg 砷),分别置于测砷瓶中,加水至 40 mL,加入 8 mL 盐酸溶液(1+1)。

38.3 测定

试样液及砷标准溶液中各加 3 mL 碘化钾溶液(150 g/L),酸性氯化亚锡溶液 0.5 mL,混匀,静置 15 min。向试样溶液中加入 5 滴~10 滴辛醇后,于试样液及砷标准溶液中各加入 3 g 锌粒,立即分别塞上装有乙酸铅棉花的导气管,并使管尖端插入盛有 5 mL 银盐溶液的刻度试管中的液面下,在常温下反应 45 min 后,取下试管,加三氯甲烷补足至 5 mL。用 1 cm 比色杯,以零管调节零点,于波长 520 nm 处测吸收光度,绘制标准曲线。

39 结果计算

试样中无机砷的含量按式(5)进行计算。

$$X = \frac{(m_1 - m_2)}{m_3 \times 1\,000} \times 1\,000 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

X——试样中无机砷的含量,单位为毫克每千克或毫克每升(mg/kg 或 mg/L);

m₁——测定用试样溶液中砷的质量,单位为微克(μg);

m₂——试剂空白中砷的质量,单位为微克(μg);

m₃——试样质量或体积,单位为克或毫升(g 或 mL)。

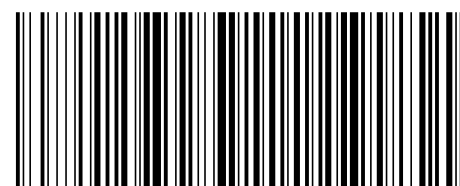
计算结果保留两位有效数字。

40 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

食品中总砷及无机砷的测定

Determination of total arsenic and abio-arsenic in foods



GB/T 5009.11-2003

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-21415

定价: 12.00 元

2003-08-11 发布

2004-01-01 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

34 结果计算

试样中无机砷含量按式(4)进行计算。

$$X = \frac{(C_1 - C_2)F}{m} \times \frac{1\ 000}{1\ 000 \times 1\ 000} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- X——试样中无机砷含量,单位为毫克每千克或毫克每升(mg/kg 或 mg/L);
- C₁——试样测定液中无机砷浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- C₂——试剂空白浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
- m——试样质量或体积,单位为克或毫升(g 或 mL);
- F——固体试样:F=10 mL×25 mL/4 mL;
液体试样:F=10 mL。

第二法 银 盐 法

35 原理

试样在 6 mol/L 盐酸溶液中,经 70℃水浴加热后,无机砷以氯化物的形式被提取,经碘化钾、氯化亚锡还原为三价砷,然后与锌粒和酸产生的新生态氢生成砷化氢,经银盐溶液吸收后,形成红色胶态物,与标准系列比较定量。

36 试剂

- 36.1 盐酸。
- 36.2 三氯甲烷。
- 36.3 辛醇。
- 36.4 盐酸溶液(1+1):量取 100 mL 盐酸加水稀释至 200 mL,混匀。
- 36.5 碘化钾溶液(150 g/L):称取 15 g 碘化钾,加水溶解至 100 mL,混匀,临用时现配。
- 36.6 酸性氯化亚锡溶液:称取 40 g 氯化亚锡(SnCl₂·2H₂O),加盐酸溶解并稀释至 100 mL,加入数颗金属锡粒。
- 36.7 乙酸铅溶液(100 g/L):称取 10 g 乙酸铅,加水溶解至 100 mL,混匀。
- 36.8 乙酸铅棉花:用乙酸铅溶液(100 g/L)浸透脱脂棉后,压除多余溶液,并使疏松,在 100℃以下干燥后,贮存于玻璃瓶中。
- 36.9 银盐溶液:称取 0.25 g 二乙基二硫代胺基甲酸银[(C₂H₅)₂NCS₂Ag],用少量三氯甲烷溶解,加入 1.8 mL 三乙醇胺,再用三氯甲烷稀释至 100 mL,放置过夜,滤入棕色瓶中冰箱保存。
- 36.10 砷标准储备液(1.00 mg/mL):GBW(E)080385。
- 36.11 砷标准使用液(1.00 μg/mL):精确吸取砷标准储备液,用水逐级稀释至 1.00 μg/mL。

37 仪器

- 37.1 分光光度计。
- 37.2 恒温水浴箱。
- 37.3 测砷装置。

38 分析步骤

38.1 试样处理

38.1.1 固体干试样:称取 1.00 g~10.00 g 经研磨或粉碎的试样,置于 100 mL 具塞锥形瓶中,加入 20 mL ~ 40 mL 盐酸溶液(1+1),以浸没试样为宜,置 70℃水浴保温 1 h,取出冷却后,用脱脂棉或单层

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
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.bzcb.com

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 1 字数 26 千字

2004 年 8 月第一版 2004 年 8 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-21415 定价 12.00 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)68533533

本标准适用于各类食品中总无机砷的测定。

本方法检出限：原子荧光光谱分析法：固体试样 0.04 mg/kg，液体试样 0.004 mg/L；银盐法：0.1 mg/kg。线性范围：1.0 μg ~10.0 μg 。

第一法 氢化物原子荧光光度法

30 原理

食品中的砷可能以不同的化学形式存在，包括无机砷和有机砷。在 6 mol/L 盐酸水浴条件下，无机砷以氯化物形式被提取，实现无机砷和有机砷的分离。在 2 mol/L 盐酸条件下测定总无机砷。

31 试剂

31.1 盐酸溶液(1+1)：量取 250 mL 盐酸，慢慢倒入 250 mL 水中，混匀。

31.2 氢氧化钾溶液(2 g/L)：称取氢氧化钾 2 g 溶于水中，稀释至 1 000 mL。

31.3 硼氢化钾溶液(7 g/L)：称取硼氢化钾 3.5 g 溶于 500 mL 2 g/L 氢氧化钾溶液中。

31.4 碘化钾(100 g/L)-硫脲混合溶液(50 g/L)：称取碘化钾 10 g，硫脲 5 g 溶于水中，并稀释至 100 mL 混匀。

31.5 三价砷(As^{3+})标准液：准确称取三氧化二砷 0.132 0 g，加 100 g/L 氢氧化钾 1 mL 和少量亚沸蒸馏水溶解，转入 100 mL 容量瓶中定容。此标准溶液含三价砷(As^{3+})1 mg/mL。使用时用水逐级稀释至标准使用液浓度为三价砷(As^{3+})1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。冰箱保存可使用 7 天。

32 仪器

玻璃仪器使用前经 15% 硝酸浸泡 24 h。

32.1 原子荧光光度计。

32.2 恒温水浴锅。

33 分析步骤

33.1 试样处理

固体试样：称取经粉碎过 80 目筛的干样 2.50 g(称样量依据试样含量酌情增减)于 25 mL 具塞刻度试管中，加盐酸(1+1)溶液 20 mL，混匀，或称取鲜样 5.00 g(试样应先打成匀浆)于 25 mL 具塞刻度试管中，加 5 mL 盐酸，并用盐酸(1+1)溶液稀释至刻度，混匀。置于 60℃ 水浴锅 18 h，其间多次振摇，使试样充分浸提。取出冷却，脱脂棉过滤，取 4 mL 滤液于 10 mL 容量瓶中，加碘化钾-硫脲混合溶液 1 mL，正辛醇(消泡剂)8 滴，加水定容。放置 10 min 后测试样中无机砷。如浑浊，再次过滤后测定。同时做试剂空白试验。

注：试样浸提冷却后，过滤前用盐酸(1+1)溶液定容至 25 mL。

液体试样：取 4 mL 试样于 10 mL 容量瓶中，加盐酸(1+1)溶液 4 mL，碘化钾-硫脲混合溶液 1 mL，正辛醇 8 滴，定容混匀，测定试样中总无机砷。同时做试剂空白试验。

33.2 仪器参考操作条件

光电倍增管(PMT)负高压：340 V；砷空心阴极灯电流：40 mA；原子化器高度：9 mm；载气流速：600 mL/min；读数延迟时间：2 s；读数时间：12 s；读数方式：峰面积；标液或试样加入体积：0.5 mL。

33.3 标准系列

无机砷测定标准系列：分别准确吸取 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 三价砷(As^{3+})标准使用液 0、0.05、0.1、0.25、0.5、1.0 mL 于 10 mL 容量瓶中，分别加盐酸(1+1)溶液 4 mL，碘化钾-硫脲混合溶液 1 mL，正辛醇 8 滴，定容[各相当于含三价砷(As^{3+})浓度 0、5.0、10.0、25.0、50.0、100.0 ng/mL]。

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。