



中华人民共和国国家标准

GB 5009.11—2014

食品安全国家标准

食品中总砷及无机砷的测定

2015-09-21 发布

2016-03-21 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会发布

前　　言

本标准代替 GB/T 5009.11—2003《食品中总砷及无机砷的测定》。

本标准与 GB/T 5009.11—2003 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 食品中总砷及无机砷的测定”。
- 取消了食品中总砷测定的砷斑法及硼氢化物还原比色法,取消了食品中无机砷测定的原子荧光法和银盐法。
- 增加了食品中总砷测定的电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS);
- 增加了食品中无机砷测定的液相色谱-原子荧光光谱法(LC-AFS)和液相色谱-电感耦合等离子体质谱法(LC-ICP-MS)。

食品安全国家标准

食品中总砷及无机砷的测定

1 范围

本标准第一篇规定了食品中总砷的测定方法。本标准第二篇规定了食品中无机砷含量测定的液相色谱-原子荧光光谱法、液相色谱-电感耦合等离子体质谱法。

本标准第一篇第一法、第二法和第三法适用于各类食品中总砷的测定。第二篇适用于稻米、水产动物、婴幼儿谷类辅助食品、婴幼儿罐装辅助食品中无机砷(包括砷酸盐和亚砷酸盐)含量的测定。

第一篇 总砷的测定

第一法 电感耦合等离子体质谱法

2 原理

样品经酸消解处理为样品溶液,样品溶液经雾化由载气送入 ICP 灶管中,经过蒸发、解离、原子化和离子化等过程,转化为带电荷的离子,经离子采集系统进入质谱仪,质谱仪根据质荷比进行分离。对于一定的质荷比,质谱的信号强度与进入质谱仪的离子数成正比,即样品浓度与质谱信号强度成正比。通过测量质谱的信号强度对试样溶液中的砷元素进行测定。

3 试剂和材料

注: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。

3.1 试剂

- 3.1.1 硝酸(HNO_3): MOS 级(电子工业专用高纯化学品)、BV(Ⅲ)级。
- 3.1.2 过氧化氢(H_2O_2)。
- 3.1.3 质谱调谐液:Li、Y、Ce、Ti、Co,推荐使用浓度为 10 ng/mL。
- 3.1.4 内标储备液:Ge,浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。
- 3.1.5 氢氧化钠(NaOH)。

3.2 试剂配制

- 3.2.1 硝酸溶液(2+98):量取 20 mL 硝酸,缓缓倒入 980 mL 水中,混匀。
- 3.2.2 内标溶液 Ge 或 Y(1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$):取 1.0 mL 内标溶液,用硝酸溶液(2+98)稀释并定容至 100 mL。
- 3.2.3 氢氧化钠溶液(100 g/L):称取 10.0 g 氢氧化钠,用水溶解和定容至 100 mL。

3.3 标准品

三氧化二砷(As_2O_3)标准品:纯度 $\geqslant 99.5\%$ 。