

荧光值,以砷的质量为横坐标,相对应的吸光值为纵坐标绘制工作曲线。

A.9.1.4.3 测定

将样品测定溶液和空白溶液在与标准溶液同样的测定条件下测定吸光度,并通过曲线求得样品的砷含量。

A.9.1.5 结果计算

砷含量以砷(As)的质量分数 w_5 计,数值以 mg/kg 表示,按公式(A.5)计算:

$$w_5 = \frac{m_1 - m_0}{m \times 10^{-3} \times 2.5/100} \dots\dots\dots (A.5)$$

式中:

m_1 ——根据测得的试验溶液荧光强度从工作曲线上查得的砷的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——根据测得的空白试验溶液荧光强度从工作曲线上查得的砷的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料的质量(A.7.4.1)的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.5 mg/kg。

A.9.2 砷斑法

移取 20.00 mL 试验溶液 A 和 3.00 mL 砷标准溶液[1 mL 溶液含砷(As)1.0 μg],按 GB/T 5009.76—2003 中第 11 章的规定操作。

A.10 可溶性解离盐的测定

A.10.1 试剂和材料

硫酸钠。

A.10.2 仪器和设备

A.10.2.1 真空抽滤泵:真空度可达到 0.1 MPa。

A.10.2.2 玻璃砂芯漏斗:100 mL,滤板孔径 5 μm ~15 μm 。

A.10.2.3 电导率仪。

A.10.2.4 分析步骤:称取 5.00 g \pm 0.01 g 于 105 $^{\circ}\text{C}$ \pm 2 $^{\circ}\text{C}$ 干燥 2 h 的试样,置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水,搅拌。让未溶物沉淀下来,用玻璃砂芯漏斗进行抽滤,将滤液转入 250 mL 容量瓶中,用热水洗涤不溶物 3 次,每次 20 mL 水,将滤液转入容量瓶中,最后用 20 mL 热水洗涤漏斗和抽滤瓶,将滤液冷却至室温,用水稀释至刻度,摇匀。用电导率仪测定试验溶液的比电阻,试验溶液比电阻不应小于相应的对照溶液的比电阻。Ⅱ类产品对照溶液为每 250 mL 水中含 50 mg 无水硫酸钠;Ⅲ类产品对照溶液为每 250 mL 水中含 200 mg 无水硫酸钠。



GB 25576-2010

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-41448

定价: 16.00 元



中华人民共和国国家标准

GB 25576—2010

食品安全国家标准

食品添加剂 二氧化硅

2010-12-21 发布

2011-02-21 实施

中华人民共和国卫生部 发布

A.9 砷的测定

A.9.1 原子荧光分光光度法(仲裁法)

A.9.1.1 试剂和材料

A.9.1.1.1 盐酸溶液:1+20。

A.9.1.1.2 盐酸溶液:1+1。

A.9.1.1.3 硼氢化钾溶液:称取 1.0 g 氢氧化钠,溶于 250 mL 水中,混匀。再称取硼氢化钾 5 g 溶于上述氢氧化钠溶液中,混匀。此溶液用时现配。

A.9.1.1.4 砷标准溶液:1 mL 溶液含砷(As)0.1 μg。
准确移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的砷标准溶液于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。再准确移取 10.00 mL 此溶液置于 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

A.9.1.1.5 硫脲-抗坏血酸混合溶液:
称取 5 g 硫脲、5 g 抗坏血酸溶于 100 mL 水中,混匀。用时现配。

A.9.1.1.6 二级水:符合 GB/T 6682 的规定。

A.9.1.1.7 氩气:99.99%。

A.9.1.2 仪器和设备

A.9.1.2.1 原子荧光分光光度计。

A.9.1.2.2 砷空心阴极灯。

A.9.1.3 仪器工作条件

仪器工作条件见表 A.2。

表 A.2 仪器测砷工作条件

项目	灯电流 mA	负高压 V	原子化器		屏气流量 (mL/min)	载气流量 (mL/min)	注入量 (mL/s)	读数 方式	空白 判别值	炉高 mm
			高度 mm	温度 ℃						
条件	60	270	8.0	200	1 000	500	0.5	峰面积	2	8

A.9.1.4 分析步骤

A.9.1.4.1 试验测定溶液的制备

准确移取 2.50 mL 制备好的试验溶液 A(A.7.4.1)及空白溶液于 25 mL 容量瓶中,加入 2.5 mL 盐酸溶液(A.9.1.1.2)和 5 mL 硫脲、抗坏血酸混合溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

A.9.1.4.2 工作曲线的绘制

取 25 mL 的容量瓶 7 个,分别移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 砷标准使用溶液,再在每个容量瓶中加入 2.5 mL 盐酸溶液(A.9.1.1.2)和 5 mL 硫脲-抗坏血酸混合溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

在选定的仪器工作条件下将标准系列浓度、样品参数(样品质量体积比 1/200)等输入计算程序,以盐酸溶液(A.9.1.1.1)为载流、硼氢化钾溶液为还原剂,按仪器规程读取峰面积,分别测定标准系列的

前言

本标准的附录 A 为规范性附录。

A.7.4 分析步骤

A.7.4.1 试验溶液的制备

称取 5.00 g±0.01 g 已于 105 ℃±2 ℃干燥至质量恒定的试样,置于配有冷却回流装置的 250 mL 烧瓶中,加入 50 mL 盐酸溶液(A.7.1.2),在电炉上缓慢加热至沸腾,微沸 15 min 后冷却。让未溶物沉淀下来,用砂心漏斗进行抽滤,将滤液转入 100 mL 容量瓶中,用热水洗涤不溶物 3 次,每次用 10 mL 水。将滤液转入容量瓶中,最后用 15 mL 热水洗涤漏斗和抽滤瓶,将滤液冷却至室温,用水稀释至刻度,摇匀。同时做空白试验。此溶液为试验溶液 A 供铅、重金属、砷测定时使用。

A.7.4.2 工作曲线的绘制

取 25 mL 的容量瓶 7 个,分别移入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 铅标准溶液,再在每个容量瓶中加入 2 mL 盐酸溶液(A.7.1.3),用水稀释至刻度,摇匀。
在选定的仪器工作条件下将标准系列浓度、样品参数(样品质量体积比 1/50)等输入计算程序,以盐酸溶液(A.7.1.1)为载流、硼氢化钾铁氰化钾混合溶液为还原剂,按仪器规程分别测定标准系列的荧光值,以铅的质量为横坐标,相对应的荧光强度为纵坐标绘制工作曲线。

A.7.4.3 测定

移取 10.00 mL 制备好的试验溶液 A 及空白溶液分别置于 25 mL 容量瓶中,加入 0.5 mL 盐酸溶液(A.7.1.2),用水稀释至刻度,摇匀。将此溶液在与标准溶液同样的测定条件下测定荧光强度,并通过曲线求得样品的铅含量。

A.7.5 结果计算

铅含量以铅(Pb)的质量分数 w_4 计,数值以 mg/kg 表示,按公式(A.4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_0}{m \times 10^{-3} \times 10/100} \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:
 m_1 ——根据测得的试验溶液荧光强度从工作曲线上查得的铅的质量的数值,单位为毫克(mg);
 m_0 ——根据测得的空白试验溶液荧光强度从工作曲线上查得的铅的质量的数值,单位为毫克(mg);
 m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。
取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 1 mg/kg。

A.8 重金属的测定

A.8.1 试剂和材料

同 GB/T 5009.74—2003 中第 3 章的规定。

A.8.2 分析步骤

移取 20.00 mL 试验溶液 A 和 3.00 mL 限量标准液[1 mL 溶液含铅(Pb)10 μg],按 GB/T 5009.74—2003 中第 6 章进行测定。