ICS 67.180.20
CCS X 11

中华人民共和国国家标准

GB/T 20380.1—202×
代替 GB/T 20380.1—2006

淀粉及其制品　重金属含量
第1部分:原子荧光光谱法测定砷含量

**Starch and derived products—Heavy metals content—Part 1:
Determination of arsenic content by atomic fluorescence spectrometry**

**(ISO 11212-1:1997,Starch and derived products—
Heavy metals content—Part 1: Determination of arsenic
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　结果计算与表述 …… 3
9　精密度 …… 3
10　试验报告 …… 4

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1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砷含量。

本文件代替GB/T 20380.1—2006《淀粉及其制品　重金属含量　第1部分：原子吸收光谱法测定砷含量》，与GB/T 20380.1—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“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湿法消解（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 11212-1：1997《淀粉及其制品　重金属含量　第1部分：原子吸收光谱法测定砷含量》。

本文件与ISO 11212-1：1997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；

——删除了附录A。

本文件与ISO 11212-1：1997的技术差异及原因如下：

a) 用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“砷含量”的术语和定义（见ISO 11212-1：1997的2.1），其相关内容已在第8章阐述；

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

d) 用符合GB/T 602规定的标准溶液配制替代了金属或金属盐溶解制取，并增加了GB/T 602作为规范性引用文件（见5.3），以适应我国的技术条件，增加可操作性；

e) 用湿法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1部分：原子荧光光谱法测定砷含量》；

——删除了资料性附录A“不同实验室间的试验结果”。

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、杭州普罗星淀粉有限公司、浙大宁波理工学院、中国商业联合会。

本文件主要起草人：姜洁、顾正彪、洪雁、杨彦丽、李令金、赵茜茜、仇丹、邱云、李保英、陈金媛、

李雅琼、鲁振。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2006 年首次发布为 GB/T 20380.1—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，建立风险管控的体系，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部分，共同构成完整的测定方法体系，拟由以下三个部分构成。

——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1部分:原子荧光光谱法测定砷含量

1　范围

本文件描述了采用原子荧光光谱法测定淀粉及其制品、衍生物和副产物中砷的方法。

本文件适用于淀粉及其制品、衍生物和副产物中砷的测定。

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

试样经消解处理后,加入硫脲使五价砷预还原为三价砷,在硼氢化钠条件下使三价砷还原成砷化氢气体,由载气(氩气)载入石英原子化器中分解为原子态砷,在砷空心阴极灯的照射下产生特征波长的荧光,其荧光强度在固定条件下与被测液中的砷浓度成正比,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　硫酸(H_2SO_4)。

5.1.4　高氯酸($HClO_4$)。

5.1.5　氢氧化钠(NaOH)。

5.1.6　硼氢化钠($NaBH_4$):分析纯。

5.1.7　硫脲(CH_4N_2S):分析纯。

5.1.8　抗坏血酸($C_6H_8O_6$):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(10 g/L):称取 10.0 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 硫脲+抗坏血酸溶液:称取 10.0 g 硫脲,加约 80 mL 水,超声溶解后,加入 10.0 g 抗坏血酸,稀释至 100 mL,混匀。临用现配。

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

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

5.3 标准品

砷标准溶液(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氧化物按 GB/T 602 配制。

5.4 标准溶液配制

5.4.1 砷标准中间液(1 mg/L):准确吸取 1.00 mL 砷标准溶液(5.3)于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(5.2.5)定容至刻度,混匀,有效期 3 个月。

5.4.2 砷标准工作液:分别吸取 0 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 砷标准中间液(5.4.1)于 100 mL 容量瓶中,各加硫酸 5 mL、硫脲+抗坏血酸溶液(5.2.3)8 mL,用水定容至刻度,混匀,放置 30 min 后测定。制成质量浓度分别为 0 μg/L、1.0 μg/L 、2.0 μg/L、5.0 μg/L、10.0 μg/L 和 20.0 μg/L 的系列标准工作液,临用现配。或采用仪器自动稀释。

注:砷标准工作液的质量浓度可适当调整。

6 仪器和设备

6.1 原子荧光光谱仪:配有砷空心阴极灯。

6.2 电子天平:感量为 1 mg。

6.3 控温电热板:最高温度不低于 350 ℃,控温精度±5 ℃。或其他等效消解装置。

6.4 高速粉碎机。

6.5 超声波清洗器。

注:玻璃器皿需以硝酸溶液(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 湿法消解

称取样品约 1.0 g(精确至 0.001 g)置于消解器皿中,加入 9 mL 硝酸、1 mL 高氯酸和 0.5 mL 硫酸,放置过夜。次日加热消解,初始设置温度 120 ℃左右,消解至黄烟冒尽后,升高温度至 200 ℃左右,消解至开始冒白烟(若在这个过程中颜色变深,冷却后补加少量硝酸),继续升高温度至 300 ℃左右,至消解液约 0.5 mL,呈无色澄清,且消解器皿中充满白烟,冷却,用水将消解液转移至 10 mL 比色管

或容量瓶中，加入 0.8 mL 硫脲＋抗坏血酸溶液(5.2.3)，用水定容至刻度，混匀，放置 30 min，待测。同时做空白试验。

7.3 仪器参考条件

砷空心阴极灯电流：60 mA；负高压：300 V；载气和屏蔽气：氩气；载气流速：300 mL/min；屏蔽气流速：800 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，用盐酸溶液(5.2.4)连续进样，待读数稳定后，将标准系列溶液(5.4.2)依次引入仪器测定荧光强度，以砷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，将处理好的空白溶液和试样溶液分别引入仪器进行测定，根据回归方程得到砷元素的质量浓度。若测定结果超出标准曲线范围，稀释至标准曲线范围内再测定，稀释过程应确保与标准溶液基体匹配。

8 结果计算与表述

试样中砷含量按公式(1)计算：

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

式中：

X ——试样中砷的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

ρ ——试样溶液中砷的质量浓度，单位为微克每升(μg/L)；

ρ_0 ——空白溶液中砷的质量浓度，单位为微克每升(μg/L)；

V ——试样消解液的定容体积，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。

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

试样中砷含量大于 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%；试样中砷含量小于或等于 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%；试样中砷含量小于或等于 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

试样中砷含量大于 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%；试样中砷含量小于或等于 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%;试样中砷含量小于或等于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0.004 mg/kg,定量限为0.010 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。