SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2900—2011

出口食品接触材料　纸、再生纤维材料　砷的测定　原子荧光光谱法

Food contact materials for export—Paper, regenerated fibre materials—Determination of arsenic—Hydride generation-atomic fluorescence spectrometry

2011-05-31 发布　　2011-12-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局　发布

前　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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这些专利的责任。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国厦门出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：黄丽、林伟靖、赖添岳、普旭力、黄宗平、黄长春。

出口食品接触材料　纸、再生纤维材料 砷的测定　原子荧光光谱法

1　范围

本标准规定了与食品接触的纸、再生纤维材料中砷的原子荧光光谱测定方法。

本标准适用于与食品接触的纸、再生纤维材料中砷的测定。

2　规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所用的修改单)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

3　方法提要

试样经微波消解，使材质中的砷成为可溶性盐类溶解在酸消解液中。消解液导入原子荧光光谱仪进行定量测定。

4　试剂

除另有说明外，所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的二级水。

4.1　硼氢化钾：纯度≥95.0%。

4.2　氢氧化钾。

4.3　硫脲。

4.4　抗坏血酸。

4.5　硝酸：优级纯。

4.6　硫酸：优级纯。

4.7　盐酸：优级纯。

4.8　氢氧化钾溶液(5 g/L)：称取 5 g 氢氧化钾(4.2)用水稀释至 1 000 mL，混匀。

4.9　硼氢化钾(15 g/L)混合溶液：称取 15 g 硼氢化钾(4.1)，用氢氧化钾溶液(4.8)稀释至 1 000 mL，混匀。该溶液现配现用。

4.10　硫酸溶液(5+95)。

4.11　砷标准储备液(1 000 μg/mL)：使用有证标准物质或按 GB/T 602 规定制备。

4.12　砷标准使用液(100 ng/mL)：砷标准储备液(4.11)用硫酸溶液(4.10)逐级稀释配制。

4.13　预还原剂溶液：称取 10.0 g 硫脲(4.3)，加约 80 mL 水溶解后，加入 10.0 g 抗坏血酸(4.4)，完全溶解后，用水稀释至 100 mL。该溶液现配现用。

5 仪器和设备

5.1 微波消解仪：配备聚四氟乙烯或其他合适的消解容器。仪器工作条件参见 A.1。

5.2 原子荧光光谱仪：配备砷空心阴极灯，仪器工作条件参见 A.2。

5.3 电热板。

5.4 烘箱：可维持 105 ℃，控温精度±2 ℃。

5.5 分析天平：感量 0.1 mg。

6 试样制备

将试样剪成约 0.5 mm×0.5 mm 的碎片后，混匀，放入烘箱(5.4)，在 105 ℃±2 ℃下烘 2 h 后，置于干燥器中待用。制样过程中应防止样品受到污染或待测物含量的变化。

7 分析步骤

7.1 样品消解

称取干燥后试样约 0.2 g～0.5 g，精确至 1 mg，置于微波消解专用的聚四氟乙烯容器中，加入 8 mL 硝酸(4.5)，按照消解程序在微波消解炉中进行消解。

消解完毕，待聚四氟乙烯容器冷却至室温后，将消解液转移至 125 mL 玻璃锥形瓶中，用大约 20 mL 水分次清洗消解容器，并将洗涤液并入锥形瓶，再加入 3 mL 硫酸(4.6)，置于电热板(5.3)上加热至产生白烟。冷却，再加入 20 mL 水，加热至产生白烟。待消解液冷却至室温，转移至 50 mL 容量瓶中，分次用少量水清洗锥形瓶，将洗涤液并入容量瓶。加入 5 mL 预还原剂溶液(4.13)，定容至刻度，放置 30 min后待测。必要时过滤。

7.2 校准溶液配制

分别移取 0.0 mL，1.0 mL，2.0 mL，3.0 mL，4.0 mL，5.0 mL 砷标准使用液(4.12)于一组 50 mL 容量瓶中，各加入 5 mL 预还原剂溶液(4.13)，用硫酸溶液(4.10)定容至刻度，混匀，放置 30 min 后待测。该校准溶液系列的砷浓度分别为 0.0 ng/mL、2.0 ng/mL、4.0 ng/mL、6.0 ng/mL、8.0 ng/mL、10.0 ng/mL。

注：校准溶液和消解液中的预还原剂(4.13)要同时加入。

7.3 测定

以硼氢化钾混合溶液(4.9)作为还原剂，用原子荧光光谱仪测定校准溶液(7.2)的荧光强度，以浓度为横坐标，荧光强度为纵坐标绘制校准曲线。同样条件下测量消解液的荧光强度，根据校准曲线计算出消解液中砷的浓度。原子荧光光谱仪工作条件参见附录 A。

7.4 空白试验

除不加试样外，均按照 7.1、7.2 和 7.3 操作进行。

7.5 结果计算

试样中砷的含量按式(1)计算：

$$X=\frac{(c-c_0)\times V\times N}{m\times 1\,000} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

X ——试样中砷的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

c ——从校准曲线计算的消解液中砷浓度，单位为纳克每毫升(ng/mL)；

c_0 ——从校准曲线计算的空白溶液砷浓度，单位为纳克每毫升(ng/mL)；

V ——消解液定容体积，单位为毫升(mL)；

N ——消解液稀释倍数；

m ——试样称样质量，单位为克(g)。

8 结果表示

取两次测定结果的算术平均值，结果保留至小数点后两位。

9 检出低限

方法检出低限为 0.05 mg/kg。

10 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%。

附 录 A
（资料性附录）
微波消解仪消解程序和原子荧光光谱仪工作条件

A.1 微波消解仪程序

微波消解仪消解程序见表 A.1。

表 A.1 微波消解仪消解程序

步骤	功率 W	功率上升时间 min	保持时间 min	风力 档
1	400	5	10	1
2	600	15	30	1
3	0		15	3
注：推荐升压速率：0.2 bar/s，温度上限：220 ℃，压力上限：45 bar。上述工作条件是典型的，可根据不同消解仪特点，对给定消解程序作适当调整，以获得最佳效果。				

A.2 原子荧光光谱仪工作条件

原子荧光光谱仪工作条件见表 A.2。

表 A.2 原子荧光光谱仪工作条件

仪器条件	参 数	仪器条件	参 数
原子化温度/℃	800	原子化器高度/mm	10
负高压/V	300	灯电流/mA	60
读数时间/s	10	延迟时间/s	1
载气压力/MPa	0.3～0.4	载气流速/(mL/min)	300
屏蔽气流速/(mL/min)	800	进样体积/mL	0.5
载流液	盐酸(5+95)	还原剂	硼氢化钾-氢氧化钾溶液
注：上述工作条件是典型的，可根据不同仪器特点，对给定工作条件作适当调整，以获得最佳效果。			