

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.76—2003
代替 GB/T 8450—1987

食品添加剂中砷的测定

Determination of arsenic in food additives

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

前 言

本标准代替 GB/T 8450—1987《食品添加剂中砷的测定方法》。

本标准与 GB/T 8450—1987 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《食品添加剂中砷的测定》；

——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。

本标准由江苏省扬州市卫生防疫站负责起草。

本标准主要起草人：姜友付、蒋庆安、杨一超、张刘平。

原标准于 1987 年首次发布，本次为第一次修订。

食品添加剂中砷的测定

1 范围

本标准规定了食品添加剂中砷的限量试验和定量试验方法。

本标准适用于食品添加剂中砷的限量试验和定量试验。

第一法 二乙氨基二硫代甲酸银比色法

2 原理

在碘化钾和氯化亚锡存在下,将样液中的高价砷还原为三价砷,三价砷与锌粒和酸产生的新生态氢作用,生成砷化氢气体,经乙酸铅棉花除去硫化氢干扰后,被溶于三乙醇胺-三氯甲烷中或吡啶中的二乙氨基二硫代甲酸银溶液吸收并作用,生成紫红色络合物,与标准比较定量。

3 试剂

3.1 硝酸。

3.2 硫酸。

3.2.1 硫酸(1+1)溶液:将1体积浓硫酸慢慢加入1体积水中,冷后使用。

3.2.2 硫酸(1 mol/L)溶液:量取28 mL浓硫酸,慢慢加入水中,用水稀释到500 mL。

3.3 盐酸。

3.4 20%氢氧化钠溶液。

3.5 氧化镁。

3.6 15%硝酸镁溶液。

3.7 15%碘化钾溶液,贮于棕色瓶内(临用前配制)。

3.8 40%氯化亚锡溶液:称取20 g氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),溶于50 mL盐酸。

3.9 乙酸铅棉花:将脱脂棉浸于10%乙酸铅溶液中,2 h后取出晾干。

3.10 无砷金属锌。

3.11 三氯甲烷。

3.12 吡啶。

3.13 吸收液A:称取0.25 g二乙氨基二硫代甲酸银,研碎后用适量三氯甲烷溶解。加入1.0 mL三乙醇胺,再用三氯甲烷稀释至100 mL。静置后过滤于棕色瓶中,贮存于冰箱内备用。

3.14 吸收液B:称取0.50 g二乙氨基二硫代甲酸银,研碎后用吡啶溶解,并用吡啶稀释至100 mL。静置后过滤于棕色瓶中,贮存于冰箱内备用。

3.15 酚酞:1%乙醇溶液。

3.16 砷标准溶液:称取0.1320 g于硫酸干燥器中干燥至恒重的三氧化二砷(As_2O_3),溶于5 mL 20%氢氧化钠溶液中。溶解后,加入25 mL 1 mol/L硫酸,移入1000 mL容量瓶中,加新煮沸冷却的水稀释至刻度。此溶液1.00 mL相当于0.100 mg砷。临用前取1.0 mL,加1 mL 1 mol/L硫酸于100 mL容量瓶中,加新煮沸冷却的水稀释至刻度。此溶液1.0 mL相当于1.0 μg 砷。

4 仪器

4.1 分光光度计。