



中华人民共和国国家标准

GB 1886.104—2015

食品安全国家标准

食品添加剂 喹啉黄

2015-11-13 发布

2016-05-13 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

食品安全国家标准

食品添加剂 喹啉黄

1 范围

本标准适用于由 2-(2-喹啉基)-1,3-茛二酮或三分之二 2-(2-喹啉基)-1,3-茛二酮和三分之一[2-(6-甲基喹啉基)]-1,3-茛二酮的混合物磺化而制得的食品添加剂喹啉黄。

2 分子式和相对分子质量

2.1 分子式

$C_{18}H_9NNa_2O_8S_2$ (主要成分)

2.2 相对分子质量

477.38 (主要成分,按 2007 年国际相对原子质量)

3 产品分类

3.1 I 型

2-(2-喹啉基)-1,3-茛二酮磺化而制得的食品添加剂喹啉黄。

3.2 II 型

三分之二 2-(2-喹啉基)-1,3-茛二酮和三分之一[2-(6-甲基喹啉基)]-1,3-茛二酮的混合物磺化而制得的食品添加剂喹啉黄。

4 技术要求

4.1 感官要求

感官要求应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项 目	要 求	检验方法
色泽	黄色	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光下观察其色泽和状态
状态	粉末或颗粒	

4.2 理化指标

理化指标应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项 目	指 标		检验方法
	I 型	II 型	
2-(2-喹啉基)-苊满基-1,3-二酮二磺酸钠盐, $w/\%$ \geq	80.0	70.0	附录 A 中 A.2.1 或 A.2.2
2-(2-喹啉基)-苊满基-1,3-二酮单磺酸钠盐, $w/\%$ \leq	15	—	附录 A 中 A.2.2
2-(2-喹啉基)-苊满基-1,3-二酮三磺酸钠盐, $w/\%$ \leq	7.0	—	附录 A 中 A.2.2
干燥减量、氯化物(以 NaCl 计)及硫酸盐(以 Na_2SO_4 计)总量, $w/\%$ \leq	30.0		附录 A 中 A.3
水不溶物, $w/\%$ \leq	0.2		附录 A 中 A.4
非色素有机物, $w/\%$ \leq	0.5 (2-甲基喹啉、2-甲基喹啉基磺酸、邻苯二甲酸合计)	0.5 (2-甲基喹啉、2-甲基喹啉基磺酸、邻苯二甲酸、2,6-二甲基喹啉、2,6-二甲基喹啉磺酸)	附录 A 中 A.5
未磺化芳族伯胺(以苯胺计), $w/\%$ \leq	0.01		附录 A 中 A.6
副染料 / (mg/kg) \leq	4.0		附录 A 中 A.7
砷(As) / (mg/kg) \leq	1.0		附录 A 中 A.8
铅(Pb) / (mg/kg) \leq	2.0		GB 5009.12
锌(Zn) / (mg/kg) \leq	50.0		GB 5009.14

附 录 A 检 验 方 法

A.1 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品在没有注明其他规定时,均按 GB/T 601、GB/T 602和 GB/T 603 的规定制备。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

A.2 喹啉黄的测定

A.2.1 分光光度比色法

A.2.1.1 方法提要

将喹啉黄试样用磷酸盐缓冲溶液(pH≈7)溶解,稀释定容后,在最大吸收波长处(415 nm),测其吸光度计算其含量。

A.2.1.2 试剂和材料

磷酸盐缓冲溶液:pH≈7。称取 0.68 g 磷酸二氢钾,加 29.1 mL 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液,用水稀释至 100 mL。

A.2.1.3 仪器和设备

A.2.1.3.1 分光光度计。

A.2.1.3.2 比色皿:10 mm。

A.2.1.4 分析步骤

A.2.1.4.1 试样溶液的配制

称取约 0.25 g 喹啉黄试样(精确至 0.000 1 g),溶于适量磷酸盐缓冲溶液中,移入 1 000 mL 容量瓶中,加磷酸盐缓冲溶液稀释至刻度,摇匀。吸取 10 mL,移入 250 mL 容量瓶中,用磷酸盐缓冲溶液稀释至刻度,摇匀,备用。

A.2.1.4.2 测定

将喹啉黄试样溶液置于 10 mm 比色皿中,同在最大吸收波长处(415 nm)用分光光度计测定其吸光度,用磷酸盐缓冲溶液作参比液。

A.2.1.5 结果计算

喹啉黄的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{A \times 25 \times 1\,000}{865 \times m_1 \times 100} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

A ——试样溶液的吸光度值;

- 25 ——试样溶液的稀释倍数；
 1 000 ——试样溶液定容的体积,单位为毫升(mL)；
 865 ——在磷酸盐缓冲溶液中 415 nm 波长处的百分吸光系数 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ ；
 m_1 ——试样的质量,单位为克(g)；
 100 ——换算系数。

计算结果表示到小数点后两位。

平行测定结果的绝对差值不大于 1.0%，取其算术平均值作为测定结果。

A.2.2 高效液相色谱法

A.2.2.1 方法提要

本方法用于由 2-(2-喹啉基)-1,3-茛二酮磺化而制得的喹啉黄,用峰面积归一化法测定 2-(2-喹啉基)-茛满基-1,3-二酮二磺酸二钠盐、2-(2-喹啉基)-茛满基-1,3-二酮单磺酸钠盐和 2-(2-喹啉基)-茛满基-1,3-二酮三磺酸三钠盐的含量。

A.2.2.2 试剂和材料

- A.2.2.2.1 水:GB/T 602 中规定的二级水。
 A.2.2.2.2 甲醇。
 A.2.2.2.3 氢氧化钠溶液:1 mol/L。
 A.2.2.2.4 乙酸溶液:1 mol/L。
 A.2.2.2.5 乙酸钠缓冲溶液:pH≈4.6。氢氧化钠溶液、乙酸溶液与水的体积比=5:10:35。

A.2.2.3 仪器和设备

高效液相色谱仪:配备紫外检测器,或其他等效的检测器,配有梯度洗脱功能。

A.2.2.4 参考色谱条件

- A.2.2.4.1 色谱柱: C_{18} 色谱柱,250 mm×4.6 mm,粒径 5 μm ;或其他等效的色谱柱。

A.2.2.4.2 流动相

流动相 A:乙酸钠缓冲溶液与水体积比=1:10,流动相 B:甲醇与流动相 A 的体积比=80:20。

- A.2.2.4.3 流动相流速:1.0 mL/min。
 A.2.2.4.4 检测波长:254 nm。
 A.2.2.4.5 进样量:20 μL 。
 A.2.2.4.6 梯度洗脱:见表 A.1 梯度洗脱程序。

表 A.1 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0	100	0
15	65	35
20	50	50
25	0	100
36	0	100
42	100	0

A.2.2.5 分析步骤

A.2.2.5.1 试样溶液的配制

称取约 0.5 g 喹啉黄试样(精确至 0.000 1 g),加流动相 A 溶液溶解并定容于 100 mL 容量瓶中,摇匀备用。

A.2.2.5.2 测定

在 A.2.2.4 参考色谱条件下,对试样溶液进行色谱分析,确定试样溶液色谱图中各组分对应的峰的保留时间及峰面积 A_i ,用面积归一化法定量。

A.2.2.6 结果计算

2-(2-喹啉基)-茛满基-1,3-二酮二磺酸钠盐、2-(2-喹啉基)-茛满基-1,3-二酮单磺酸钠盐和 2-(2-喹啉基)-茛满基-1,3-二酮三磺酸钠盐的质量分数 w_i ,按式(A.2)计算:

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

A_i ——试样溶液色谱图中 i 组分的峰面积;

$\sum A_i$ ——试样溶液色谱图中 i 组分的峰面积之和。

计算结果表示到小数点后两位。

平行测定结果的绝对差值不大于 1.0%,取其算术平均值作为测定结果。

A.3 干燥减量、氯化物(以 NaCl 计)及硫酸盐(以 Na_2SO_4 计)总量的测定

A.3.1 干燥减量的测定

A.3.1.1 分析步骤

称取约 2 g 试样(精确至 0.001 g),置于已在 $135\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 恒温干燥箱恒量的称量瓶中,在 $135\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 恒温干燥箱中烘至恒量。

A.3.1.2 结果计算

干燥减量的质量分数 w_2 ,按式(A.3)计算:

$$w_2 = \frac{m_2 - m_3}{m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

m_2 ——干燥前试样的质量,单位为克(g);

m_3 ——干燥后试样的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后一位。

平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%,取其算术平均值作为测定结果。

A.3.2 氯化物(以 NaCl 计)的测定

A.3.2.1 试剂和材料

A.3.2.1.1 活性炭:767 针型。

A.3.2.1.2 硝基苯。

A.3.2.1.3 硝酸溶液:1+1。

A.3.2.1.4 硝酸银溶液:0.1 mol/L。

A.3.2.1.5 硫酸铁铵溶液:称取约 14 g 硫酸铁铵,溶于 100 mL 水中,过滤,加 10 mL 硝酸,贮存于棕色瓶中。

A.3.2.1.6 硫氰酸铵标准滴定溶液: $c(\text{NH}_4\text{CNS})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.3.2.2 分析步骤

A.3.2.2.1 试样溶液的配制

称取约 2 g 试样(精确至 0.001 g),溶于 150 mL 水中,加约 15 g 活性炭,温和煮沸 2 min~3 min,加入 1 mL 硝酸溶液,不断摇动均匀,放置 30 min(其间不时摇动)。用干燥滤纸过滤。如滤液有色,则再加 5 g 活性炭,不时摇动下放置 1 h,再用干燥滤纸过滤(如仍有色则更换活性炭重复操作至滤液无色)。每次以 10 mL 水洗活性炭三次,滤液合并移至 200 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。用于氯化物和硫酸盐含量的测定。

A.3.2.2.2 测定

移取 50 mL 试样溶液,置于 500 mL 锥形瓶中,加 2 mL 硝酸溶液和 10 mL 硝酸银溶液(氯化物含量多时要多加些)及 5 mL 硝基苯,剧烈摇动至氯化银凝结,加入 1 mL 硫酸铁铵溶液,用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定过量的硝酸银到终点并保持 1 min,同时以同样方法做一空白试验。

A.3.2.3 结果计算

氯化物(以 NaCl 计)的质量分数 w_3 ,按式(A.4)计算:

$$w_3 = \frac{\frac{V_1 - V_0}{1\,000} \times c_1 \times M_1}{m_4 \times \frac{50}{200}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

V_1 ——滴定空白溶液耗用硫氰酸铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定试样溶液耗用硫氰酸铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

1 000——换算系数;

c_1 ——硫氰酸铵标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M_1 ——氯化钠的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), [$M_1(\text{NaCl})=58.4$];

m_4 ——试样的质量,单位为克(g);

50 ——试样消耗的体积,单位为毫升(mL);

200 ——试样定容的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后一位。

平行测定结果的绝对差值不大于 0.3 %,取其算术平均值作为测定结果。

A.3.3 硫酸盐(以 Na_2SO_4 计)的测定

A.3.3.1 试剂和材料

A.3.3.1.1 氢氧化钠溶液:2 g/L。

A.3.3.1.2 盐酸溶液:1+1 999。

A.3.3.1.3 氯化钡标准滴定溶液： $c(\frac{1}{2}\text{BaCl}_2)=0.1\text{ mol/L}$ (配制方法见附录 B)。

A.3.3.1.4 酚酞指示液：10 g/L。

A.3.3.1.5 玫瑰红酸钠指示液：称取 0.1 g 玫瑰红酸钠，溶于 10 mL 水中(现用现配)。

A.3.3.2 分析步骤

吸取 25 mL 试样溶液(A.3.2.2.1)，置于 250 mL 锥形瓶中，加 1 滴酚酞指示液，滴加氢氧化钠溶液呈粉红色，然后滴加盐酸溶液至粉红色消失，摇匀，溶解后在不断摇动下用氯化钡标准滴定溶液滴定，以玫瑰红酸钠指示液作外指示液，反应液与指示液在滤纸上交汇处呈现玫瑰红色斑点并保持 2 min 不褪色为终点。

同时做空白试验。

A.3.3.3 结果计算

硫酸盐(以 Na_2SO_4 计)的质量分数 w_4 ，按式(A.5)计算：

$$w_4 = \frac{\frac{V_2 - V_3}{1\ 000} \times c_2 \times \frac{M_2}{2}}{m_5 \times \frac{25}{200}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(\text{A.5})$$

式中：

V_2 ——滴定试样溶液耗用氯化钡标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_3 ——滴定空白溶液耗用氯化钡标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

1 000——换算系数；

c_2 ——氯化钡标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

M_2 ——硫酸钠的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)， $[M_2(\text{Na}_2\text{SO}_4)=142.04]$ ；

2 ——换算系数；

m_5 ——试样的质量，单位为克(g)；

25 ——试样消耗的体积，单位为毫升(mL)；

200 ——试样定容的体积，单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后一位。

平行测定结果的绝对差值不大于 0.2 %，取其算术平均值作为测定结果。

A.3.4 干燥减量、氯化物(以 NaCl 计)及硫酸盐(以 Na_2SO_4 计)总量的结果计算

干燥减量、氯化物(以 NaCl 计)及硫酸盐(以 Na_2SO_4 计)的质量分数 w_5 ，按式(A.6)计算：

$$w_5 = w_2 + w_3 + w_4 \quad \dots\dots\dots(\text{A.6})$$

式中：

w_2 ——干燥减量的质量分数，%；

w_3 ——氯化物(以 NaCl 计)的质量分数，%；

w_4 ——硫酸盐(以 Na_2SO_4 计)的质量分数，%。

计算结果表示到小数点后一位。

A.4 水不溶物的测定

A.4.1 仪器和设备

A.4.1.1 玻璃砂芯坩埚：G4，孔径为 5 μm ~15 μm 。

A.4.1.2 恒温干燥箱。

A.4.2 分析步骤

称取约 4.5 g~5.5 g 试样(精确至 0.001 g),置于 250 mL 烧杯中,加入 200 mL 80 °C~90 °C 热水,使之溶解,用已在 135 °C ± 2 °C 烘至恒量的 G4 玻璃砂芯坩埚过滤,并用冷水充分洗涤到洗涤液无色,在 135 °C ± 2 °C 恒温干燥箱中烘至恒量。

A.4.3 结果计算

水不溶物的质量分数 w_6 ,按式(A.7)计算:

$$w_6 = \frac{m_6}{m_7} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(A.7)$$

式中:

m_6 ——干燥后水不溶物的质量,单位为克(g);

m_7 ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%,取其算术平均值作为测定结果。

A.5 非色素有机物的测定

A.5.1 方法提要

采用反相液相色谱法,用面积归一化法进行定量,计算非色素有机物的含量。

A.5.2 试剂和材料

同 A.2.2.2。

A.5.3 仪器和设备

同 A.2.2.3。

A.5.4 参考色谱条件

同 A.2.2.4。

A.5.5 分析步骤

A.5.5.1 试样溶液的配制

称取约 1 g 喹啉黄(精确至 0.000 1 g),加流动相 A 溶解并定容 100 mL 容量瓶中,摇匀备用。

A.5.5.2 测定

在 A.2.2.4 参考色谱条件下,对试样溶液进行色谱分析,确定试样溶液色谱图中各组分对应的峰的保留时间及峰面积 A_j ,用面积归一化法定量。

A.5.6 结果计算

2-甲基喹啉、2-甲基喹啉基磺酸、邻苯二甲酸、2,6-二甲基喹啉、2,6-二甲基喹啉磺酸的质量分数 w_j ,按式(A.8)计算:

$$w_j = \frac{A_j}{\sum A_j} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.8)$$

式中：

A_j ——试样溶液色谱图中 j 组分的峰面积；

$\sum A_j$ ——试样溶液色谱图中 j 组分的峰面积之和。

计算结果表示到小数点后一位。

平行测定结果的绝对差值不大于 0.1 %，取其算术平均值作为测定结果。

A.6 未磺化芳族伯胺(以苯胺计)的测定

A.6.1 方法提要

以乙酸乙酯萃取出试样中未磺化芳族伯胺成分，将萃取液和苯胺标准溶液分别经重氮化和偶合后再测定各自生成染料的吸光度予以比较与判别。

A.6.2 试剂和材料

A.6.2.1 乙酸乙酯。

A.6.2.2 盐酸溶液：1+10。

A.6.2.3 盐酸溶液：1+3。

A.6.2.4 溴化钾溶液：500 g/L。

A.6.2.5 碳酸钠溶液：200 g/L。

A.6.2.6 氢氧化钠溶液：40 g/L。

A.6.2.7 氢氧化钠溶液：4 g/L。

A.6.2.8 R 盐溶液(2-萘酚-3,6-二磺酸二钠盐)：20 g/L。

A.6.2.9 亚硝酸钠溶液：3.52 g/L。

A.6.2.10 苯胺标准溶液：0.1 000 g/L。用小烧杯称取 0.500 0 g 新蒸馏的苯胺，移至 500 mL 容量瓶中，以 150 mL 盐酸溶液(1+3)分三次洗涤烧杯，并入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。移取 25 mL 该溶液至 250 mL 容量瓶中，用水定容。

A.6.3 仪器和设备

A.6.3.1 可见分光光度计。

A.6.3.2 40 mm 比色皿。

A.6.4 分析步骤

A.6.4.1 试样萃取溶液的配制

称取约 2.0 g 试样(精确至 0.001 g)于 150 mL 烧杯中，加 100 mL 水和 5 mL 氢氧化钠溶液(40 g/L)，在温水浴中搅拌至完全溶解。将此溶液移入分液漏斗中，少量水洗净烧杯。每次以 50 mL 乙酸乙酯萃取两次，合并萃取液。以 10 mL 氢氧化钠溶液(4 g/L)洗涤乙酸乙酯萃取液，除去痕量色素。再每次以 10 mL 盐酸溶液(1+3)对乙酸乙酯溶液反萃取三次。合并该盐酸萃取液，然后用水稀释至 100 mL，摇匀。此溶液为试样萃取溶液。

A.6.4.2 标准溶液的制备

分别吸取 5 mL、10 mL、15 mL、20 mL、25 mL 苯胺标准溶液至 100 mL 容量瓶中，用盐酸溶液(1+10)

稀释至刻度,混合均匀,此为标准溶液。

A.6.4.3 重氮化偶合溶液的制备

吸取 10 mL 试样萃取溶液,移入透明洁净的试管中,浸入盛有冰水混合物的烧杯内冷却 10 min。在试管中加入 1 mL 溴化钾溶液及 0.5 mL 亚硝酸钠溶液,稍用力摇匀后仍置于冰水浴中冷却 10 min,进行重氮化反应。另取一个 25 mL 容量瓶移入 1 mL R 盐溶液和 10 mL 碳酸钠溶液。将上述试管中的苯胺重氮盐溶液加至盛有 R 盐溶液的容量瓶中,边加边略振摇容量瓶,用少许水洗净试管一并加入容量瓶中,再以水定容。充分混匀后在暗处放置 15 min。

A.6.4.4 标准重氮化偶合溶液的制备

分别吸取 10 mL A.6.4.2 系列标准溶液,其余步骤同 A.6.4.3。

A.6.4.5 参比溶液的制备

吸取 10 mL 盐酸溶液(1+10)、10 mL 碳酸钠溶液及 1 mL R 盐溶液于 25 mL 容量瓶中,用水定容。

A.6.4.6 测定

将 A.6.4.4 中一系列标准重氮化偶合溶液分别置于比色皿中,在 510 nm 波长处用分光光度计测定各自的吸光度,以 A.6.4.5 作参比溶液,绘制成标准曲线。

试样重氮化偶合溶液置于比色皿中,在 510 nm 波长处用分光光度计测定吸光度 A_s ,以 A.6.4.5 作参比溶液,根据标准曲线求出苯胺的质量。

A.6.5 结果计算

未磺化芳族伯胺(以苯胺计)的质量分数 w_7 ,按式(A.9)计算:

$$w_7 = \frac{m_A}{m_8} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.9)$$

式中:

m_A ——根据标准曲线计算苯胺的质量,单位为克(g);

m_8 ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

平行测定结果的绝对差值不大于 0.005%,取其算术平均值作为测定结果。

A.7 副染料的测定

A.7.1 方法提要

该方法用于 2-(2-喹啉基)-1,3-茚二酮和 2-[2-(6-甲基喹啉基)]-1,3-茚二酮的限量测定。

A.7.2 试剂和材料

A.7.2.1 乙醚。

A.7.2.2 三氯甲烷。

A.7.3 仪器和设备

A.7.3.1 可见分光光度计。

A.7.3.2 10 mm 比色皿。

A.7.3.3 索氏萃取器。

A.7.4 分析步骤

A.7.4.1 试样溶液的配制

准确称取 2 g(精确至 0.000 1 g)样品加入索氏萃取器中,加入 150 mL 乙醚萃取 5 h。每次用 25 mL 水洗涤乙醚萃取液,洗涤两次。浓缩乙醚萃取液蒸发至体积约 5 mL 后,于 105 °C 恒温干燥箱中除去残留的乙醚。将残渣溶于三氯甲烷,并准确稀释至 10 mL。

A.7.4.2 测定

将试样溶液置于比色皿中,于最大吸收波长(约 420 nm)处测定吸光度,用三氯甲烷作为参比溶液。限量值为 4 mg/kg 的 2-(2-喹啉基)-1,3-茛二酮的吸光度为 0.27。任何存在的 2-[2-(6-甲基喹啉基)]-1,3-茛二酮均作为 2-(2-喹啉基)-1,3-茛二酮测定。

A.8 砷(As)的测定

A.8.1 试剂和材料

A.8.1.1 硝酸。

A.8.1.2 硫酸溶液:1+1。

A.8.1.3 硝酸-高氯酸混合溶液:3+1。

A.8.1.4 氢氧化钠溶液:1 g/L。

A.8.1.5 硼氢化钠溶液:8 g/L。称取 8 g 硼氢化钠,溶于适量 1 g/L 的氢氧化钠溶液中,稀释至 1 000 mL。

A.8.1.6 盐酸溶液:1+10。

A.8.1.7 碘化钾溶液:200 g/L。

A.8.1.8 砷(As)标准溶液:按 GB/T 602 配制和标定后,再根据使用的仪器要求进行稀释配制成含砷相应浓度的三个标准溶液。

A.8.2 仪器和设备

原子吸收光谱仪。

A.8.3 参考色谱条件

A.8.3.1 仪器参考条件如下:

- a) 砷空心阴极灯分析线波长:193.7 nm;
- b) 狭缝:0.5 nm~1.0 nm;
- c) 灯电流:6 mA~10 mA。

A.8.3.2 载气流速:氩气 250 mL/min。

A.8.3.3 原子化器温度:900 °C。

A.8.4 分析步骤

A.8.4.1 试样消解

称取约 1 g 试样(精确至 0.001 g),置于 250 mL 锥形或圆底烧瓶中,加 10 mL~15 mL 硝酸和

2 mL 硫酸溶液, 摇匀后用小火加热赶出二氧化氮气体, 溶液变成棕色, 停止加热, 放冷后加入 5 mL 硝酸-高氯酸混合液, 强火加热至溶液至透明无色或微黄色, 如仍不透明, 放冷后再补加 5 mL 硝酸-高氯酸混合液, 继续加热至溶液澄清无色或微黄色并产生白烟(避免烧干出现碳化现象), 停止加热, 放冷后加水 5 mL 加热至沸, 除去残余的硝酸-高氯酸(必要时可再加水煮沸一次), 继续加热至发生白烟, 保持 10 min, 放冷后移入 100 mL 容量瓶(若溶液出现浑浊、沉淀或机械杂质须过滤), 用盐酸溶液稀释定容, 作为试样溶液。

同时制备空白溶液。

A.8.4.2 测定

量取 25 mL 消解后的试样溶液至 50 mL 容量瓶, 加入 5 mL 碘化钾溶液, 用盐酸溶液稀释定容, 摇匀, 静置 15 min, 作为试样测试溶液。

同时移取砷标准溶液按相同的方法定容至 50 mL 容量瓶, 以空白溶液制备空白测试液。

A.8.5 结果计算

砷(As)的质量分数 w_8 , 单位为毫克每千克(mg/kg), 按式(A.10)计算:

$$w_8 = \frac{(m_9 - m_0) \times 1\,000}{m_{10} \times \frac{25}{100}} \dots\dots\dots (A.10)$$

式中:

m_9 ——根据标准曲线计算试样溶液的质量, 单位为毫克(mg);

m_0 ——根据标准曲线计算空白溶液的质量, 单位为毫克(mg);

1 000 ——换算系数;

m_{10} ——试样的质量, 单位为克(g);

25 ——试样消耗的体积, 单位为毫升(mL);

100 ——试样定容的体积, 单位为毫升(mL)。

平行测定结果的绝对差值不大于 0.1 mg/kg, 取其算术平均值作为测定结果。

附 录 B

氯化钡标准溶液的配制方法

B.1 试剂和材料

B.1.1 氯化钡。

B.1.2 氨水。

B.1.3 硫酸标准滴定溶液： $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=0.1\text{ mol/L}$ 。

B.1.4 玫瑰红酸钠指示液：称取 0.1 g 玫瑰红酸钠，溶于 10 mL 水中，现用现配。

B.1.5 广范 pH 试纸。

B.2 配制

称取 12.25 g 氯化钡，溶于 500 mL 水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

B.3 标定方法

吸取 20 mL 硫酸标准滴定溶液，置于 250 mL 锥形瓶中，加 50 mL 水，并用氨水中和到广范 pH 试纸为 8，然后用氯化钡标准滴定溶液滴定，以玫瑰红酸钠指示液作为指示液，反应液与指示液在滤纸上交汇处呈现玫瑰红色斑点且保持 2 min 不褪色为终点。

B.4 结果计算

氯化钡标准滴定溶液的浓度 $[c(\frac{1}{2}\text{BaCl}_2)]$ ，单位为摩尔每升(mol/L)，按式(B.1)计算：

$$c(\frac{1}{2}\text{BaCl}_2) = \frac{c_3 \times V_4}{V_5} \dots\dots\dots(\text{B.1})$$

式中：

c_3 ——硫酸标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_4 ——硫酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_5 ——消耗氯化钡标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后四位。