

# 食品添加剂中砷的测定方法

## Method for determination of arsenic in food additives

本标准适用于食品添加剂中砷的限量试验和定量试验。

本标准参照采用1983年联合国粮农组织和世界卫生组织 (FAO/WHO) 食品添加剂联合专家委员会发布的有关砷的测定方法。

### 1 二乙氨基二硫代甲酸银比色法

#### 1.1 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,将溶于三乙醇胺-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。

#### 1.2 试剂

除特别注明外,本标准所用试剂均为分析纯,水为蒸馏水或去离子水。

1.2.1 硝酸 (GB 626—78)。

1.2.2 硫酸 (GB 625—77)。

1.2.2.1 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。

1.2.2.2 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。

1.2.3 盐酸 (GB 622—77)。

1.2.4 氢氧化钠 (GB 629—77):20%溶液。

1.2.5 氧化镁 (HG 3—1294—80)。

1.2.6 硝酸镁 (HG 3—1077—77):15%溶液。

1.2.7 碘化钾 (GB 1272—77):15%溶液。贮于棕色瓶内 (临用前配制)。

1.2.8 氯化亚锡 (GB 638—78):40%溶液。称取20g氯化亚锡 ( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ),溶于50 ml 盐酸中。

1.2.9 乙酸铅棉花:将脱脂棉浸于10%乙酸铅 (HG 3—974—76) 溶液中,2 h后取出晾干。

1.2.10 无砷金属锌 (GB 2304—80)。

1.2.11 三氯甲烷 (GB 682—78)。

1.2.12 吡啶 (GB 689—78)。

1.2.13 吸收液A:称取0.25g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。

1.2.14 吸收液B:称取0.50g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。

1.2.15 酚酞 (HGB 3039—59):1%乙醇溶液。

1.2.16 砷标准溶液:称取0.1320g于硫酸干燥器中干燥至恒重的三氧化二砷 ( $\text{As}_2\text{O}_3$ ) (GB 1256—77),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。

### 1.3 仪器

#### 1.3.1 分光光度计。

#### 1.3.2 测砷装置（见图1）。

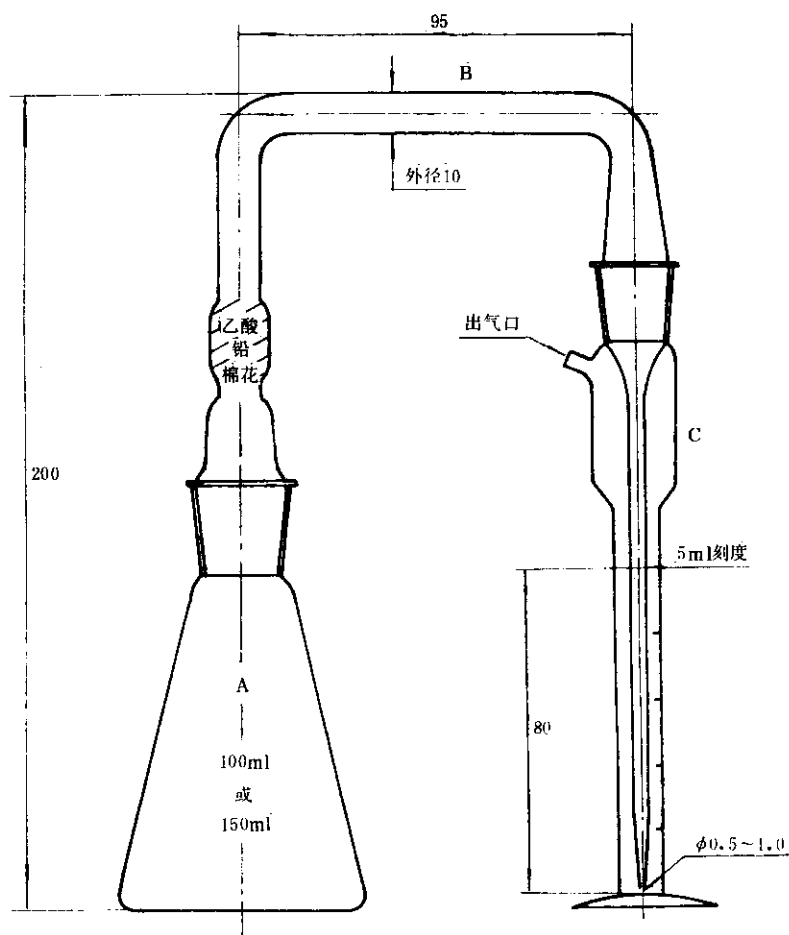


图 1

1.3.2.1 100~150 ml锥形瓶（A）（19号标准口）。

1.3.2.2 导气管（B）：管口为19号标准口，与锥形瓶A密合时不应漏气，管尖直径0.5~1.0 mm，与吸收管C接合部为14号标准口，插入后，管尖距管C底为1~2 mm。

1.3.2.3 吸收管（C）：管口为14号标准口，5 ml刻度，高度不低于8 cm。吸收管的质料应一致。

### 1.4 样品处理

1.4.1 无机样品的“样品处理”可按各标准文本中规定的方法进行。

1.4.2 有机样品的“样品处理”除按各标准文本中规定的外，一般按下述程序进行。

1.4.2.1 湿法消解：称取5.0 g样品，置于250 ml凯氏烧瓶或三角烧瓶中，加10 ml硝酸浸润样品，放置片刻（或过夜）后，缓缓加热，待作用缓和后，稍冷，沿瓶壁加入5 ml硫酸，再缓缓加热，至瓶中溶液开始变成棕色，不断滴加硝酸（如有必要可滴加些高氯酸，但须注意防止爆炸），至有机质分解完全，继续加热，生成大量的二氧化硫白色烟雾，最后溶液应无色或微带黄色。冷却后加20 ml水煮