



# 中华人民共和国国家标准

GB 28317—2012

---

## 食品安全国家标准 食品添加剂 靛蓝

2012-04-25 发布

2012-06-25 实施

---

中华人民共和国卫生部 发布

# 食品安全国家标准

## 食品添加剂 靛蓝

### 1 范围

本标准适用于以靛蓝为原料，经磺化、精制而制得的食品添加剂靛蓝。

### 2 化学名称、分子式、结构式、相对分子质量

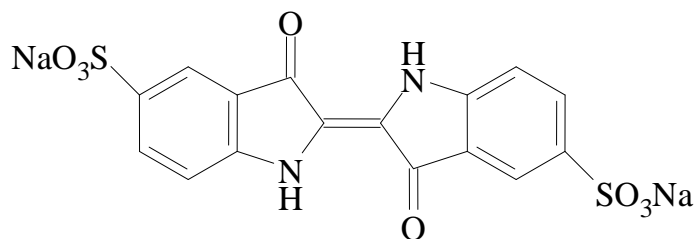
#### 2.1 化学名称

5, 5'-靛蓝素二磺酸二钠盐

#### 2.2 分子式

$C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$

#### 2.3 结构式



#### 2.4 相对分子质量

466.36（按 2007 年国际相对原子质量）

### 3 技术要求

#### 3.1 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	暗紫色至暗紫褐色	取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，观察其色泽和状态
状态	粉末或颗粒	

#### 3.2 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
靛蓝含量, $w/\%$	$\geq$ 85.0	附录 A 中 A.3
干燥减量、氯化物(以 NaCl 计)及硫酸盐(以 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 计)总量, $w/\%$	$\leq$ 15.0	附录 A 中 A.4
水不溶物, $w/\%$	$\leq$ 0.20	附录 A 中 A.5
副染料, $w/\%$	$\leq$ 1.0	附录 A 中 A.6
总砷(以 As 计) / (mg/kg)	$\leq$ 1	附录 A 中 A.7
铅(Pb) / (mg/kg)	$\leq$ 10	附录 A 中 A.8

## 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—2008 中规定的三级水。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，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602、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 鉴别试验

## A.2.1 试剂和材料

A.2.1.1 硫酸溶液：1+20。

A.2.1.2 氢氧化钠溶液：2.5 g/L。

A.2.1.3 乙酸铵溶液：1.5 g/L。

## A.2.2 仪器和设备

A.2.2.1 分光光度计。

A.2.2.2 比色皿：10 mm。

## A.2.3 分析步骤

## A.2.3.1 颜色反应

A.2.3.1.1 称取约 0.1 g 试样，加 10 mL 硫酸溶液，不时摇动，溶液呈深紫色，冷却后，取 2~3 滴，加 5 mL 水，溶液呈蓝紫色。

A.2.3.1.2 量取蓝紫色的靛蓝-硫酸溶液 5 mL，加 1 mL 氢氧化钠溶液，略加摇动，呈黄绿色。

## A.2.3.2 最大吸收波长

称取约 0.1 g 试样，加 100 mL 水，不时摇动，溶解成紫蓝色溶液。量取溶液 1 mL，加乙酸铵溶液配至 100 mL。此溶液的最大吸收波长为  $612\text{ nm} \pm 2\text{ nm}$ 。

## A.3 靛蓝含量的测定

## A.3.1 三氯化钛滴定法（仲裁法）

## A.3.1.1 方法提要

在酸性介质中，染料结构中的氨基被三氯化钛还原分解成氨基化合物，按三氯化钛标准滴定溶液的消耗量，计算其含量。

## A.3.1.2 试剂和材料

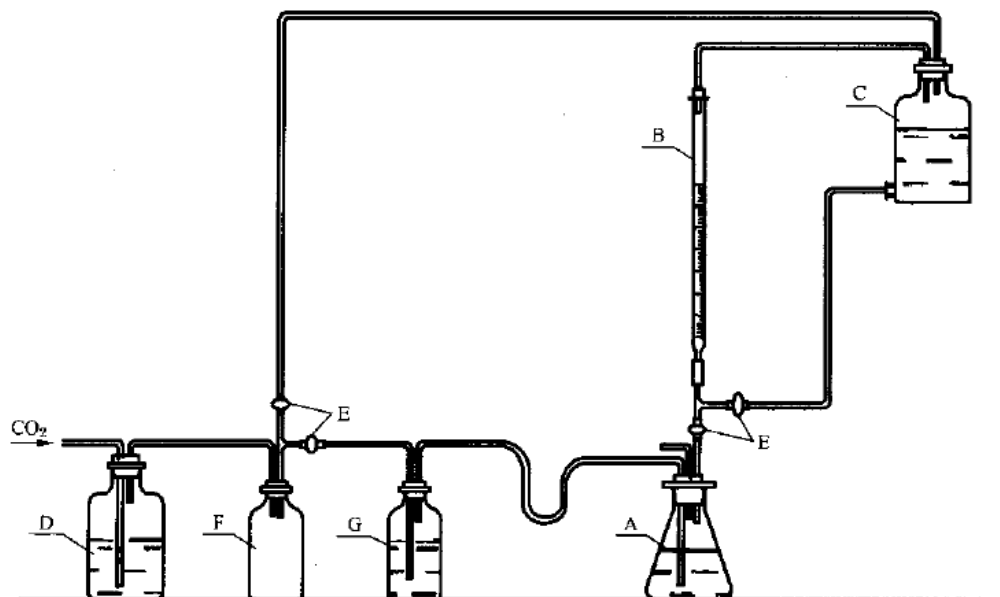
A.3.1.2.1 酒石酸氢钠。

A.3.1.2.2 三氯化钛标准滴定溶液： $c(\text{TiCl}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ （现配现用，配制方法见附录B）。

A.3.1.2.3 二氧化碳。

A.3.1.3 仪器和设备

见图 A.1。



- A——锥形瓶（500 mL）；  
 B——棕色滴定管（50 mL）；  
 C——包黑纸的下口玻璃瓶（2000 mL）；  
 D——盛碳酸铵和硫酸亚铁等量混合液的容器（5000 mL）；  
 E——活塞；  
 F——空瓶；  
 G——装有水的洗气瓶。

图 A.1 三氯化钛滴定法的装置图

A.3.1.4 分析步骤

称取约 0.5 g 试样，精确至 0.0001 g，置于 500 mL 锥形瓶中，溶于 50 mL 新煮沸并冷却至室温的水中，加入 15 g 酒石酸氢钠和 150 mL 新煮沸并冷却至室温的水，振荡溶解后，按图 A.1 装好仪器，在液面下通入二氧化碳的同时，加热至沸，并用三氯化钛标准滴定溶液滴定到其固有颜色消失为终点。

A.3.1.5 结果计算

靛蓝含量以质量分数  $w_1$  计，数值以 % 表示，按公式 (A.1) 计算：

$$w_1 = \frac{(V / 1000) \times c \times (M / 2)}{m_1} \times 100\% \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中：

$V$ ——滴定试样耗用的三氯化钛标准滴定溶液体积的准确数值，单位为毫升（mL）；

1000——体积换算因子；

$c$ ——三氯化钛标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$M$ ——靛蓝的摩尔质量数值，单位为克每摩尔（g/mol） [ $M(\text{C}_{16}\text{H}_8\text{N}_2\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2) = 466.36$ ]；

2——浓度换算因子；

$m_1$ ——试样质量的数值，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后 1 位。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。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 1.0%。

### A.3.2 分光光度比色法

#### A.3.2.1 方法提要

将试样与已知含量的靛蓝标准样品分别用水溶解后，在最大吸收波长处，分别测其吸光度值，然后计算其含量。

#### A.3.2.2 试剂和材料

A.3.2.2.1 乙酸铵溶液：1.5 g/L。

A.3.2.2.2 靛蓝标准样品：含量  $\geq 85.0\%$ （质量分数，按 A.3.1 测定）。

#### A.3.2.3 仪器和设备

A.3.2.3.1 分光光度计。

A.3.2.3.2 比色皿：10 mm。

#### A.3.2.4 分析步骤

##### A.3.2.4.1 靛蓝标准样品溶液的制备

称取约 0.25 g 靛蓝标准样品，精确到 0.0001 g，溶于适量水中，移入 1 000 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。准确吸取 10 mL，移入 500 mL 容量瓶中，加入乙酸铵溶液稀释至刻度，摇匀，备用。

##### A.3.2.4.2 靛蓝试样溶液的制备

称量与操作方法同靛蓝标准样品溶液的制备。

##### A.3.2.4.3 测定

将靛蓝标准样品溶液和靛蓝试样溶液分别置于 10 mm 比色皿中，同在最大吸收波长（ $612 \text{ nm} \pm 2 \text{ nm}$ ）处用分光光度计测定各自的吸光度值，以乙酸铵溶液作参比液。

##### A.3.2.5 结果计算

靛蓝含量以质量分数  $w_2$  计，数值以 % 表示，按公式 (A.2) 计算：

$$w_2 = \frac{A_1 \times m_0}{A_0 \times m} \times w_0 \dots\dots\dots (\text{A. 2})$$

式中：

$A_1$ ——靛蓝试样溶液的吸光度值；

$m_0$  ——靛蓝标准样品质量的数值，单位为克（g）；

$A_0$  ——靛蓝标准样品溶液的吸光度值；

$m$  ——试样质量的数值，单位为克（g）；

$w_0$  ——靛蓝标准样品含量的数值，%。

计算结果表示到小数点后 1 位。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。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1.0%。

#### A. 4 干燥减量、氯化物（以NaCl计）及硫酸盐（以Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>计）总量的测定

##### A. 4.1 干燥减量的测定

###### A. 4.1.1 分析步骤

称取约 2 g 试样，精确到 0.0001 g，置于已在 135 °C ± 2 °C 恒温烘箱中恒量的称量瓶中，在 135 °C ± 2 °C 恒温烘箱中烘至恒量。

###### A. 4.1.2 结果计算

干燥减量以质量分数 $w_3$ 计，数值以%表示，按公式(A. 3)计算：

$$w_3 = \frac{m_2 - m_3}{m_2} \times 100\% \dots\dots\dots (A. 3)$$

式中：

$m_2$  ——试样干燥前质量的数值，单位为克（g）；

$m_3$  ——试样干燥至恒量后质量的数值，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后 1 位。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。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0.2%。

##### A. 4.2 氯化物（以NaCl计）的测定

###### A. 4.2.1 试剂和材料

###### A. 4.2.1.1 硝基苯。

###### A. 4.2.1.2 硝酸溶液：1+1。

###### A. 4.2.1.3 硝酸银溶液： $c(\text{AgNO}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

###### A. 4.2.1.4 硫酸铁铵试液：称取14 g硫酸铁铵，溶于100 mL水中，过滤，加硝酸10 mL，贮存于棕色瓶中。

###### A. 4.2.1.5 硫氰酸铵标准滴定溶液： $c(\text{NH}_4\text{SCN}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

###### A. 4.2.1.6 活性炭。

###### A. 4.2.2 分析步骤

#### A.4.2.2.1 试样溶液的制备

称取约 2 g 试样，精确到 0.0001 g，溶于 150 mL 水中，加约 15 g 活性炭，温和煮沸 2 min~3 min。冷却至室温，加入硝酸溶液 1 mL，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，则再加活性炭 5 g，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）。每次以水 10 mL 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.4.2.2.2 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 硫酸铁铵试液，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.4.2.3 结果计算

氯化物（以 NaCl 计）以质量分数  $w_4$  计，数值以 % 表示，按公式（A.4）计算：

$$w_4 = \frac{[(V_1 - V_0) / 1000] \times c_1 \times M_1}{m_4 \times (50 / 200)} \times 100\% \dots\dots\dots (A.4)$$

式中：

$V_1$ ——滴定空白溶液耗用硫氰酸铵标准滴定溶液体积的数值，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体积的数值，单位为毫升（mL）；

1000——体积换算因子；

$c_1$ ——硫氰酸铵标准滴定溶液浓度的数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$M_1$ ——氯化钠摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M(\text{NaCl})=58.4$ ）；

$m_4$ ——试样质量的数值，单位为克（g）；

50/200——稀释因子。

计算结果表示到小数点后 1 位。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。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 0.3%。

#### A.4.3 硫酸盐（以 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 计）的测定

##### A.4.3.1 试剂和材料

A.4.3.1.1 氢氧化钠溶液：0.2 g/L。

A.4.3.1.2 盐酸溶液：1+99。

A.4.3.1.3 氯化钡标准滴定溶液： $c(1/2\text{BaCl}_2)=0.1 \text{ mol/L}$ （配制方法见附录 C）。

A.4.3.1.4 酚酞指示液：10 g/L。

A.4.3.1.5 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.4.3.2 分析步骤

吸取 25 mL 试样溶液（A.4.2.2.1），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。同时以相同方法做空白试验。

#### A. 4. 3. 3 结果计算

硫酸盐（以 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 计）含量以质量分数 $w_5$ 计，数值用%表示，按公式(A. 5)计算：

$$w_5 = \frac{[(V_2 - V_3) / 1000] \times c_2 \times (M_2 / 2)}{m_5 \times (25 / 200)} \times 100\% \dots\dots\dots (\text{A. 5})$$

式中：

$V_2$ ——滴定空白溶液耗用氯化钡标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V_3$ ——滴定试样溶液耗用氯化钡标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

1000——体积换算因子；

$c_2$ ——氯化钡标准滴定溶液浓度的数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$M_2$ ——硫酸钠摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M(\text{Na}_2\text{SO}_4)=142$ ）；

2——浓度换算因子；

$m_5$ ——试样质量的数值，单位为克（g）；

25/200——稀释因子。

计算结果表示到小数点后 1 位。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。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0.2%。

#### A. 4. 4 干燥减量、氯化物(以 $\text{NaCl}$ 计)及硫酸盐(以 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 计)总量的结果计算

干燥减量、氯化物(以  $\text{NaCl}$  计)及硫酸盐(以  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  计)的总量以质量分数  $w_6$  计，数值以%表示，按公式(A.6)计算：

$$w_6 = w_3 + w_4 + w_5 \dots\dots\dots (\text{A.6})$$

错误!未找到引用源。

式中：

$w_3$ ——干燥减量，%；

$w_4$ ——氯化物(以 $\text{NaCl}$ 计)含量，%；

$w_5$ ——硫酸盐(以 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 计)含量，%。

计算结果表示到小数点后 1 位。

### A. 5 水不溶物的测定

#### A. 5. 1 仪器和设备

A. 5. 1. 1 玻璃砂芯坩埚：G4，孔径为5  $\mu\text{m}$ ~15  $\mu\text{m}$ 。

A. 5. 1. 2 恒温烘箱。

#### A. 5. 2 分析步骤

称取约 3 g 试样，精确至 0.001 g，置于 500 mL 烧杯中，加入 50℃~60℃的水 250 mL，使之溶解，

用已在 135 °C ± 2 °C 烘至恒量的玻璃砂芯坩埚过滤，并用热水充分洗涤到洗涤液无色，在 135 °C ± 2 °C 恒温烘箱中烘至恒量。

### A.5.3 结果计算

水不溶物以质量分数  $w_7$  计，数值以 % 表示，按公式 (A.7) 计算：

$$w_7 = \frac{m_6}{m_7} \times 100\% \dots\dots\dots (A.7)$$

错误!未找到引用源。

式中：

$m_6$  —— 干燥后水不溶物质量的数值，单位为克 (g)；

$m_7$  —— 试样质量的数值，单位为克 (g)。

计算结果表示到小数点后 1 位。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。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 0.2%。

## A.6 副染料的测定

### A.6.1 方法提要

用纸上层析法将各组分离，洗脱，然后用分光光度法定量。

### A.6.2 试剂和材料

A.6.2.1 2-丁酮。

A.6.2.2 丙酮。

A.6.2.3 丙酮溶液：1+1。

A.6.2.4 盐酸溶液：1+200。

### A.6.3 仪器和设备

A.6.3.1 分光光度计。

A.6.3.2 层析滤纸：1号中速，150 mm × 250 mm。

A.6.3.3 层析缸：Φ 240 mm × 300 mm。

A.6.3.4 微量进样器：100 μL。

A.6.3.5 纳氏比色管：50 mL 有玻璃磨口塞。

A.6.3.6 玻璃砂芯漏斗：G3，孔径为 15 μm ~ 40 μm。

A.6.3.7 50 mm 比色皿。

A.6.3.8 10 mm 比色皿。

### A.6.4 分析步骤

#### A. 6. 4. 1 纸上层析条件

A. 6. 4. 1. 1 展开剂：2-丁酮+丙酮+水=7+3+3。

A. 6. 4. 1. 2 温度：20℃~25℃。

#### A. 6. 4. 2 试样溶液的制备

称取约 1 g 试样，精确至 0.001g，置于烧杯中，加入适量水溶解后，移入 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀备用，该试样溶液浓度为 1%。

#### A. 6. 4. 3 试样洗出液的制备

用微量进样器吸取 100  $\mu$ L 试样溶液，均匀地注在离滤纸底边 25 mm 的一条基线上，成一直线，使其在滤纸上的宽度不超过 5 mm，长度为 130 mm，用吹风机吹干。将滤纸放入装有预先配制好的展开剂的层析缸中展开，滤纸底边浸入展开剂液面下 10 mm，待展开剂前沿线上升至 150 mm 或直到副染料分离满意为止。取出层析滤纸，用冷风吹干。

用空白滤纸在相同条件下展开，该空白滤纸应与上述步骤展开用的滤纸在同一张滤纸上相邻部位裁取。

副染料纸上层析示意图见图 A.2。

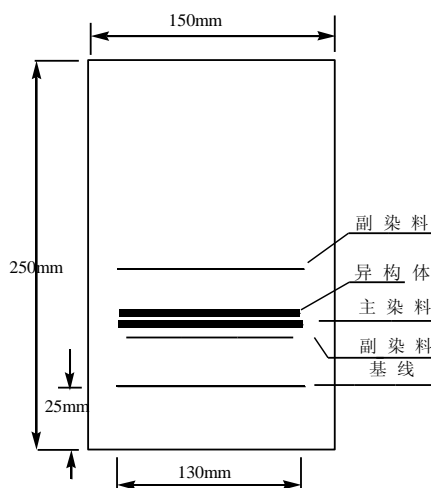


图 A. 2 副染料层析示意图

将展开后取得的各个副染料（异构体除外）和在空白滤纸上与各副染料相对应部位的滤纸按同样大小剪下，并剪成约 5 mm×15 mm 的细条，分别置于 50 mL 的纳氏比色管中，准确加入 5 mL 丙酮溶液，摇动 3 min~5 min 后，再准确加入盐酸溶液 20 mL，充分摇动，然后分别在 G<sub>3</sub> 玻璃砂芯漏斗中自然过滤，滤液应澄清，无悬浮物。分别得到各副染料和空白洗出溶液。在各自副染料的最大吸收波长处，用 50 mm 比色皿，将各副染料的洗出液在分光光度计上测定各自的吸光度值。

在分光光度计上测定吸光度时，以 5 mL 丙酮溶液和 20 mL 盐酸溶液的混合液作参比溶液。

#### A. 6. 4. 4 标准溶液的制备

吸取 2 mL 试样溶液移入 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。该溶液为标准溶液。

#### A. 6. 4. 5 标准洗出溶液的制备

用微量进样器吸取 100  $\mu$ L 标准溶液，均匀地点注在离滤纸底边 25 mm 的一条基线上，用吹风机吹干。将滤纸放入装有预先配制好的展开剂的层析缸中展开，待展开剂前沿线上升 40 mm，取出用冷风吹干，剪下所有展开的染料部分，按 A.6.4.3 的方法进行萃取操作，得到标准洗出溶液。用 10 mm 比色皿

在最大吸收波长处测定吸光度值。

同时用空白滤纸在相同条件下展开，按相同方法操作后测洗出液的吸光度值。

#### A.6.4.6 结果计算

副染料的含量以质量分数 $w_8$ 计，数值以%表示，按公式(A.8)计算：

$$w_8 = \frac{[(A_1 - b_1) + \dots + (A_n - b_n)] / 5}{(A_s - b_s) (100 / 2)} \times w_s \dots \dots \dots (A.8)$$

错误!未找到引用源。

式中：

$A_1 \dots, A_n$ ——各副染料洗出溶液以 50 mm 光径长度测定出的吸光度值；

$b_1 \dots, b_n$ ——各副染料对照空白洗出溶液以 50 mm 光径长度测定出的吸光度值；

$A_s$ ——标准样品洗出溶液以 10 mm 光径长度测定出的吸光度值；

$b_s$ ——标准样品对照空白洗出溶液以 10 mm 光径长度测定出的吸光度值；

5——折算成以 10 mm 光径长度的比数；

100/2——标准样品洗出溶液折算成 1% 试样溶液的比数；

$w_s$ ——试样中靛蓝的质量分数，%。

计算结果表示到小数点后 1 位。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。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0.2%。

### A.7 砷的测定

#### A.7.1 方法提要

靛蓝经湿法消解后，制备成试样溶液，用原子吸收光谱法测定砷的含量。

#### A.7.2 试剂和材料

##### A.7.2.1 硝酸。

##### A.7.2.2 硫酸溶液：1+1。

##### A.7.2.3 硝酸-高氯酸混合溶液：3+1。

##### A.7.2.4 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.7.2.5 氢氧化钠溶液：1 g/L。

##### A.7.2.6 硼氢化钠溶液：8 g/L（溶剂为1 g/L的氢氧化钠溶液）。

##### A.7.2.7 盐酸溶液：1+10。

##### A.7.2.8 碘化钾溶液：200 g/L。

#### A.7.3 仪器和设备

原子吸收光谱仪,应满足以下条件：

a) 仪器参考条件：砷空心阴极灯分析线波长：193.7 nm；狭缝：0.5 nm~1.0 nm；灯电流：6 mA~

10 mA;

b) 载气流速: 氩气 250 mL/min;

c) 原子化器温度: 900 °C。

#### A. 7. 4 分析步骤

##### A. 7. 4. 1 试样消解

称取约 1.0 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-高氯酸混合溶液, 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。

同时按相同的方法制备空白溶液。

##### A. 7. 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, 静止 15 min。

同时按相同的方法以空白溶液制备空白测试液。

开启仪器, 待仪器及砷空心阴极灯充分预热, 基线稳定后, 用硼氢化钠溶液作氢化物还原发生剂, 以标准空白、标准溶液、样品空白测试液及样品溶液的顺序, 按电脑指令分别进样。测试结束后电脑自动生成工作曲线及扣除样品空白后的样品溶液中砷浓度, 输入样品信息(名称、称样量、稀释体积等), 即自动换算出试样中砷的含量。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.1 mg/kg。

#### A. 8 铅的测定

##### A. 8. 1 方法提要

靛蓝经湿法消解后, 制备成试样溶液, 用原子吸收光谱法测定铅的含量。

##### A. 8. 2 试剂和材料

A. 8. 2. 1 铅(Pb)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铅相应浓度的三个标准溶液。

A. 8. 2. 2 氢氧化钠溶液: 1 g/L。

A. 8. 2. 3 硼氢化钠溶液: 8 g/L (溶剂为 1 g/L 的氢氧化钠溶液)。

A. 8. 2. 4 盐酸溶液: 1+10。

##### A. 8. 3 仪器和设备

原子吸收光谱仪, 仪器参考条件应满足 GB 5009.12 中的火焰原子吸收光谱法的要求。

##### A. 8. 4 测定步骤

可直接采用 A.7.4.1 的试样溶液和空白溶液。

按 GB 5009.12 中的火焰原子吸收光谱法操作。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 1.0 mg/kg。

## 附 录 B

## 三氯化钛标准滴定溶液的配制方法

## B.1 试剂和材料

B.1.1 盐酸。

B.1.2 硫酸亚铁铵。

B.1.3 硫氰酸铵溶液：200 g/L。

B.1.4 硫酸溶液：1+1。

B.1.5 三氯化钛溶液。

B.1.6 重铬酸钾标准滴定溶液：[ $c(1/6 K_2Cr_2O_7)=0.1 \text{ mol/L}$ ]，按GB/T 602配制与标定。

## B.2 仪器和设备

见图 A.1。

## B.3 三氯化钛标准滴定溶液的配制

## B.3.1 配制

取 100 mL 三氯化钛溶液和 75 mL 盐酸，置于 1000 mL 棕色容量瓶中，用新煮沸并已冷却到室温的水稀释至刻度，摇匀，立即倒入避光的下口瓶中，在二氧化碳气体保护下贮藏。

## B.3.2 标定

称取约 3 g 硫酸亚铁铵，精确至 0.0001 g，置于 500 mL 锥形瓶中，在二氧化碳气流保护作用下，加入 50 mL 新煮沸并已冷却的水，使其溶解，再加入 25 mL 硫酸溶液，继续在液面下通入二氧化碳气流作保护，迅速准确加入 35 mL 重铬酸钾标准滴定溶液，然后用需标定的三氯化钛标准溶液滴定到接近计算量终点，立即加入 25 mL 硫氰酸铵溶液，并继续用需标定的三氯化钛标准溶液滴定到红色转变为绿色，即为终点。整个滴定过程应在二氧化碳气流保护下操作，同时做一空白试验。

## B.3.3 结果计算

三氯化钛标准溶液的浓度以  $c(\text{TiCl}_3)$  计，单位以摩尔每升 (mol/L) 表示，按公式 (B.1) 计算：

$$c = \frac{c \times V_1}{V_2 - V_3} \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

式中：

$V_1$  —— 重铬酸钾标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$c$  —— 重铬酸钾标准滴定溶液浓度的数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

$V_2$  —— 滴定被重铬酸钾标准滴定溶液氧化成高钛所用去的三氯化钛标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$V_3$  —— 滴定空白用去三氯化钛标准滴定溶液体积的准确数值，单位为毫升 (mL)。

计算结果表示到小数点后 4 位。

以上标定需在分析样品时即时标定。



## 附 录 C

## 氯化钡标准溶液的配制方法

## C.1 试剂和材料

## C.1.1 氯化钡。

## C.1.2 氨水。

C.1.3 硫酸标准滴定溶液：[ $c(1/2H_2SO_4)=0.1\text{ mol/L}$ ]，按GB/T 601配制与标定。

## C.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）。

## C.1.5 广范pH试纸。

## C.2 配制

称取 12.25 g 氯化钡，溶于 500 mL 水，移入 1000 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

## C.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且保持 2 min 不褪色为终点。

## C.4 结果计算

氯化钡标准滴定溶液浓度的以  $c(1/2BaCl_2)$  计，单位以摩尔每升（mol/L）表示，按式(C.1)计算：

$$c = \frac{c_1 \times V_4}{V_5} \dots\dots\dots(C.1)$$

式中：

$V_4$  —— 硫酸标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

$c_1$  —— 硫酸标准滴定溶液浓度的数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$V_5$  —— 消耗氯化钡标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）。

计算结果表示到小数点后 4 位。