

中华人民共和国国家标准

GB 17512.1—2010

食品安全国家标准
食品添加剂 赤藓红

2010-12-21 发布

2011-02-21 实施

中华人民共和国卫生部发布

前　　言

本标准代替 GB 17512.1—1998 《食品添加剂 赤藓红》。

本标准与 GB 17512.1—1998 相比，主要变化如下：

- 增加了安全提示；
- 修改了鉴别试验的方法；
- 分光光度比色法平行测定的允许差由 2.0% 修改为 1.0%；
- 修改了氯化物和硫酸盐的检测方法；
- 砷（As）的检测方法由化学限量法修改为原子吸收法；
- 取消了重金属（以 Pb 计）的质量规格；
- 增加了铅（Pb）指标和检测方法；
- 增加了锌（Zn）指标和检测方法。

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B 为资料性附录。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 17512.1—1998。

食品安全国家标准 食品添加剂 赤藓红

1 范围

本标准适用于荧光黄经碘化后而制得的食品添加剂赤藓红。

2 规范性引用文件

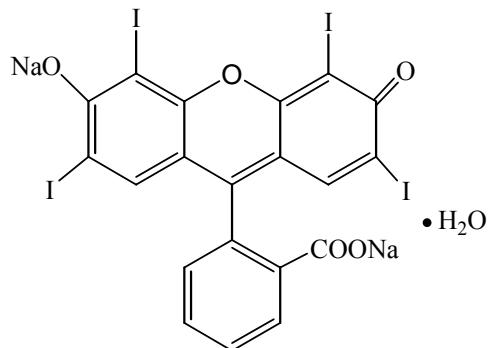
本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

3 化学名称、结构式、分子式和相对分子质量

3.1 化学名称

9-(*o*-羧基苯基)-6-羟基-2, 4, 5, 7-四碘-3H-呡吨-3-酮二钠盐一水合物

3.2 结构式



3.3 分子式

$C_{20}H_6I_4Na_2O_5 \cdot H_2O$

3.4 相对分子质量

897.87（按2007年国际相对原子质量）

4 技术要求

4.1 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	红至暗红褐色	自然光线下采用目视评定。
组织状态	粉末或颗粒	

4.2 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
赤藓红, w/%	≥ 85.0	附录 A 中 A.4
干燥减量、氯化物(以NaCl计)及硫酸盐(以NaSO ₄ 计)总量, w/%	≤ 14.0	附录 A 中 A.5
水不溶物, w/%	≤ 0.20	附录 A 中 A.6
副染料, w/%	≤ 3.0	附录 A 中 A.7
碘化钠, w/%	≤ 0.40	附录 A 中 A.8
砷(As) / (mg/kg)	≤ 1.0	附录 A 中 A.9
铅(Pb) / (mg/kg)	≤ 10.0	附录 A 中 A.10
锌(Zn) / (mg/kg)	≤ 20.0	附录 A 中 A.11

附录 A

(规范性附录)

检验方法

A. 1 安全提示

本标准试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，按相关规定操作，操作时需小心谨慎。若溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。在使用挥发性酸时，要在通风橱中进行。

A. 2 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 规定的三级水。试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品在没有注明其他规定时，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 规定配制和标定。

A. 3 鉴别试验

A. 3. 1 试剂和材料

A. 3. 1. 1 硫酸。

A. 3. 1. 2 盐酸。

A. 3. 1. 3 乙酸铵溶液：1.5g/L。

A. 3. 2 仪器和设备

A. 3. 2. 1 分光光度计。

A. 3. 2. 2 比色皿：10mm。

A. 3. 3 鉴别方法

应满足如下条件：

A. 3. 3. 1 称取试样约0.1g（精确至0.01g），溶于100mL水中，呈红色澄清溶液。取5 mL溶液加入1 mL盐酸，则产生红色沉淀。

A. 3. 3. 2 称取试样约0.2g（精确至0.01g），溶于20mL硫酸中，呈褐黄色，取此液2滴～3滴，加水5 mL，产生橙红色沉淀。

A. 3. 3. 3 称取试样约0.1g（精确至0.01g），溶于100mL乙酸铵溶液中，取此溶液1mL，加乙酸铵溶液配至100mL，该溶液的最大吸收波长为526 nm±2nm。

A. 4 赤藓红的测定

A. 4. 1 重量法(仲裁法)

A. 4. 1. 1 方法提要

试样溶解后，经稀释、酸化、煮沸，并经过恒量过滤，再恒量，然后进行称量计算。

A. 4. 1. 2 试剂和材料

A. 4. 1. 2. 1 盐酸溶液：1+49。

A. 4. 1. 2. 2 盐酸溶液：1+199。

A. 4. 1. 3 仪器和设备

A.4.1.3.1 恒温干燥箱。

A.4.1.3.2 玻璃砂芯坩埚: G4, 孔径为 $5\mu\text{m}\sim 15\mu\text{m}$ 。

A. 4. 1. 4 分析步骤

称取约 2.5g 试样（精确至 0.0001g），置于烧杯中，用水溶解后移入 250mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。吸取 50mL 该溶液，置于 250 mL 烧杯中，加热至沸腾后，加入 20 mL 盐酸溶液(1+49)，再次煮沸，然后用 5 mL 水冲洗烧杯内壁，盖上表面皿，在沸水浴上加热约 5h 后，放冷至室温，用已在 135℃ ±2℃ 烘至恒量，并冷却称量过的 G4 玻璃砂芯坩埚，将沉淀物过滤。再每次用 15mL 盐酸溶液(1+199)冲洗，洗涤二次后，再用 15mL 水洗一次，将沉淀物和 G4 玻璃砂芯坩埚在 135℃ ±2℃ 恒温干燥箱中烘至恒量，在干燥器内冷却 30min 后称量。

A. 4. 1. 5 结果计算

赤藓红以质量分数 w_1 计, 数值用%表示, 按公式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 \times 1.074}{m \times 50/250} \times 100\% \dots \dots \dots \quad (\text{A.1})$$

式中：

m_1 ——沉淀物质量的数值，单位为克 (g)；

1.074 —— 变换系数；

m——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。

平行测定结果的绝对差值不大于 0.2% (质量分数), 取其算术平均值作为测定结果。

A. 4. 2 分光光度比色法

A. 4. 2. 1 方法提要

将试样与已知含量的赤藓红标准品分别用水溶解，用乙酸铵溶液稀释定容后，在最大吸收波长处，分别测其吸光度，计算其含量。

A. 4. 2. 2 试剂和材料

A.4.2.2.1 乙酸铵溶液: 1.5g/L。

A.4.2.2.2 赤藓红标准品： $\geq 85.0\%$ （质量分数，按A.4.1测定）。

A. 4. 2. 3 仪器和设备

A.4.2.3.1 分光光度计。

A.4.2.3.2 比色皿：10mm。

A. 4. 2. 4 赤藓红标样溶液的配制

称取约 0.25g (精确至 0.0001g) 赤藓红标准样品, 溶于适量水中, 移入 1000mL 棕色容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摆匀。准确吸取 10 mL, 移入 500 mL 棕色容量瓶中, 加乙酸铵溶液稀释至刻度, 摆匀。

A. 4. 2. 5 赤藓红试样溶液的配制

称量与操作方法同A.4.2.4标样溶液的配制。

A. 4. 2. 6 分析步骤

将赤藓红标样溶液和赤藓红试样溶液分别置于 10mm 比色皿中，同在最大吸收波长处用分光光度计测定各自的吸光度值，用乙酸铵溶液作参比液。

A. 4. 2. 7 结果计算

赤藓红以质量分数 w_1 计，数值用%表示，按公式(A.2)计算：

$$w_1 = \frac{Am_0}{A_0m} \times w_0 \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A.2})$$

式中：

A——赤藓红试样溶液的吸光度值；

m_0 ——赤藓红标准品的质量数值，单位为克(g)；

w_0 ——赤藓红标准品（重量法）的质量分数%；

A_0 ——赤藓红标样溶液的吸光度值；

m—试样的质量数值，单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后 1 位。

平行测定结果的绝对差值不大于 1.0% (质量分数), 取其算术平均值作为测定结果。

A.5 干燥减量、氯化物(以NaCl计)及硫酸盐(以Na₂SO₄计)总量的测定

A. 5. 1 干燥减量的测定

A. 5. 1. 1 分析步骤

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

A. 5. 1. 2 结果计算

干燥减量以质量分数 w_2 计，数值用%表示，按公式(A.3)计算：

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

式中：

m_2 ——试样干燥前质量的数值，单位为克(g)；

m_3 —试样干燥至恒量质量的数值，单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后1位。

平行测定结果的绝对差值不大于 0.2% (质量分数), 取其算术平均值作为测定结果。

A. 5. 2 氯化物(以NaCl计)的测定

A. 5. 2. 1 试剂和材料

A.5.2.1.1 硝基苯。

A.5.2.1.2 活性炭；767针型。

A.5.2.1.3 硝酸溶液：1+1。

A.5.2.1.4 硝酸银溶液： $c(\text{AgNO}_3)=0.1\text{ mol/L}$ 。

A.5.2.1.5 硫酸铁铵溶液

配制方法：称取约14g硫酸铁铵，溶于100mL水中，过滤，加10mL硝酸，贮存于棕色瓶中；

A.5.2.1.6 硫氰酸铵标准滴定溶液： $c(\text{NH}_4\text{CNS})=0.1\text{ mol/L}$ 。

A. 5. 2. 2 试样溶液的配制

称取约2g试样（精确至0.001g），溶于150mL水中，加约15g活性炭，温和煮沸2 min~3min，加入1mL硝酸溶液，不断摇动均匀，放置30min（其间不时摇动）。用干燥滤纸过滤。如滤液有色，则再加5g活性炭，不时摇动下放置1h，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10mL水洗活性炭三次，滤液合并移至200mL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. 5. 2. 3 分析步骤

移取50mL试样溶液，置于500mL锥形瓶中，加2mL硝酸溶液和10mL硝酸银溶液（氯化物含量多时要多加些）及5mL硝基苯，剧烈摇动至氯化银凝结，加入1mL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1min，同时以同样方法做一空白试验。

A. 5. 2. 4 结果计算

氯化物(以NaCl计)以质量分数 w_3 计，数值用%表示，按公式(A.4)计算：

$$w_3 = \frac{c_1[(V_1 - V_0)/1000]M_1}{m_4(50/200)} \times 100\% \quad (\text{A.4})$$

式中：

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

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

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

m_4 ——试样的质量数值，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后1位。

平行测定结果的绝对差值不大于0.3%（质量分数），取其算术平均值作为测定结果。

A. 5. 3 硫酸盐(以Na₂SO₄计)的测定

A. 5. 3. 1 试剂和材料

A.5.3.1.1 氢氧化钠溶液：2g/L。

A.5.3.1.2 盐酸溶液：1+1999。

A.5.3.1.3 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B）。

A.5.3.1.4 酚酞指示液：10g/L。

A.5.3.1.5 玫瑰红酸钠指示液：称取0.1g玫瑰红酸钠，溶于10mL水中(现用现配)。

A. 5. 3. 2 分析步骤

吸取25mL试样溶液(A.5.2.2)，置于250mL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2min不褪色为终点。

同时以相同方法做空白试验。

A. 5. 3. 3 结果计算

硫酸盐(以Na₂SO₄计)以质量分数w₄计，数值%表示，按公式(A.5)计算：

$$w_4 = \frac{c_2[(V_2 - V_3)/1000](M_2/2)}{m_4(25/200)} \times 100\% \quad (\text{A.5})$$

式中：

c₂——氯化钡标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V₂——滴定试样溶液耗用氯化钡标准滴定溶液体积的准确数值，单位为毫升(mL)；

V₃——滴定空白溶液耗用氯化钡标准滴定溶液体积的准确数值，单位为毫升(mL)；

M₂——硫酸钠的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol) [M₂(Na₂SO₄)=142.04]；

m₄——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。

平行测定结果的绝对差值不大于0.2%(质量分数)，取其算术平均值作为测定结果。

A. 5. 4 干燥减量、氯化物(以NaCl计)及硫酸盐(以Na₂SO₄计)总量的结果计算

干燥减量和氯化物(以NaCl计)及硫酸盐(以Na₂SO₄计)的总量以质量分数w₅计，数值用%表示，按公式(A.6)计算：

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

式中：

w₂——干燥减量的质量分数%；

w₃——氯化物(以NaCl计)的质量分数%；

w₄——硫酸盐(以Na₂SO₄计) 的质量分数%。

计算结果表示到小数点后1位。

A. 6 水不溶物的测定

A. 6. 1 仪器和设备

A. 6. 1. 1 玻璃砂芯坩埚：G₄，孔径为5μm~15μm。

A. 6. 1. 2 恒温干燥箱。

A. 6. 2 分析步骤

称取约3g试样（精确至0.001g），置于500mL烧杯中，加入50℃~60℃热水250mL，使之溶解，用已在135℃±2℃烘至恒量的G₄玻璃砂芯坩埚过滤，并用热水充分洗涤到洗涤液无色，在135℃±2℃恒温干燥箱中烘至恒量。

A. 6. 3 结果计算

水不溶物以质量分数 w_6 计, 数值用%表示, 按公式(A.7)计算:

$$w_6 = \frac{m_6}{m_5} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A.7})$$

式中：

m_6 —— 干燥后水不溶物质量的数值，单位为克 (g)；

m_5 —— 试样质量的数值，单位为克 (g)。

计算结果表示到小数点后2位。

平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%（质量分数），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

用纸上层析法将各组分分离，洗脱，然后用分光光度法定量。

A. 7. 2 试剂和材料

- A. 7. 2. 1 无水乙醇。
 - A. 7. 2. 2 正丁醇。
 - A. 7. 2. 3 丙酮溶液: 1+1。
 - A. 7. 2. 4 氨水溶液: 4+96。
 - A. 7. 2. 5 碳酸氢钠溶液: 4g/L。

A. 7. 3 仪器和设备

- A. 7. 3. 1 分光光度计。
 - A. 7. 3. 2 层析滤纸：1号中速， $150\text{mm} \times 250\text{mm}$ 。
 - A. 7. 3. 3 层析缸： $\varphi 240\text{mm} \times 300\text{mm}$ 。
 - A. 7. 3. 4 微量进样器： $100\mu\text{L}$ 。
 - A. 7. 3. 5 纳氏比色管： 50mL 有玻璃磨口塞。
 - A. 7. 3. 6 玻璃砂芯漏斗：G3，孔径为 $15\mu\text{m} \sim 40\mu\text{m}$ 。
 - A. 7. 3. 7 50mm 比色皿。
 - A. 7. 3. 8 10mm 比色皿。

A. 7.4 分析步骤

A. 7. 4. 1 纸上层析条件

A.7.4.1.1 展开剂：正丁醇+无水乙醇+氨水溶液=6+2+3。

A.7.4.1.2 温度：20℃～25℃。

A. 7. 4. 2 试样溶液的配制

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

A. 7. 4. 3 试样洗出液的制备

用微量进样器吸取100μL试样溶液，均匀地注在离滤纸底边25mm的一条基线上，成一直线，使其在滤纸上的宽度不超过5mm，长度为130mm，用吹风机吹干。将滤纸放入装有预先配制好展开剂的层析缸中展开，滤纸底边浸入展开剂液面下10mm，待展开剂前沿线上升至150mm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。

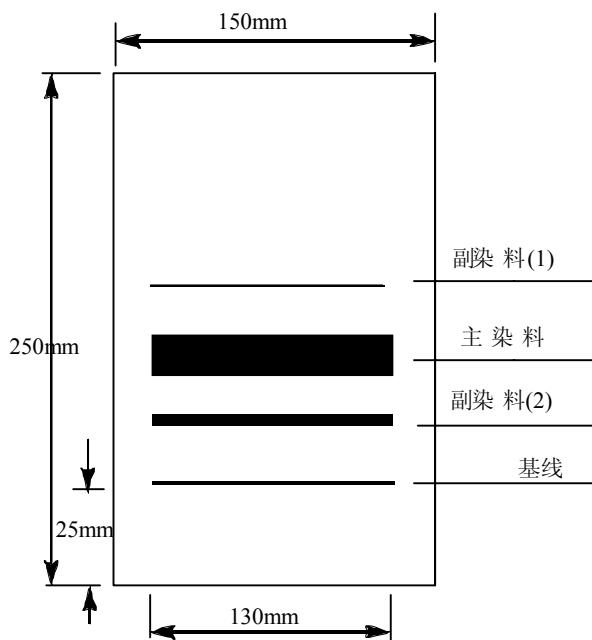


图 A.2 副染料纸上层析示意图

将展开后取得的各个副染料和在空白滤纸上与各副染料相对应的部位的滤纸按同样大小剪下，并剪成约5mm×15mm的细条，分别置于50mL的纳氏比色管中，准确加入5mL丙酮溶液，摇动3min～5min后，再准确加入20mL碳酸氢钠溶液，充分摇动，然后分别在玻璃砂芯漏斗中自然过滤，滤液应澄清，无悬浮物。加水至刻度。分别得到各副染料和空白的洗出液。在各自副染料的最大吸收波长处，用50mm比色皿，将各副染料的试料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，以丙酮溶液5mL和碳酸氢钠溶液20mL的混合液作参比液。

A. 7. 4. 4 标准溶液的配制

吸取2mL1%的试样溶液移入100mL容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，该溶液为标准溶液。

A. 7. 4. 5 标准洗出液的制备

用微量进样器吸取标准溶液 100 μL , 均匀地点注在离滤纸底边 25mm 的一条基线上, 用吹风机吹干。将滤纸放入装有预先配制好展开剂的层析缸中展开, 待展开剂前沿线上升 40mm, 取出用冷风吹干, 剪下所有展开的染料部分, 按 A.7.4.3 的方法进行萃取操作, 得到标准洗出液。用 10mm 比色皿在最大吸收波长处测吸光度值。

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. 7. 4. 6 结果计算

副染料的质量分数以 w_7 计, 数值用%表示, 按公式(A.8)计算:

$$w_7 = \frac{[(A_1 - b_1) + \dots + (A_n - b_n)] / 5}{(A_s - b_s)(100 / 2)} \times S \quad (\text{A.8})$$

式中:

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

A_s —— 标准洗出液以 10mm 光径长度测定出的吸光度值;

b_s —— 标准对照空白洗出液以 10mm 光径长度测定出的吸光度值;

5 —— 折算成以 10mm 光径长度的比数;

100/2 —— 标准洗出液折算成 1% 试样溶液的比数;

S —— 试样的质量分数%。

计算结果表示到小数点后 1 位。

平行测定结果的绝对差值不大于 0.2% (质量分数), 取其算术平均值作为测定结果。

A. 8 碘化钠的测定

A. 8. 1 方法提要

采用电位滴定法, 用硝酸银标准滴定溶液滴定试样中碘化钠的含量。

A. 8. 2 试剂和材料

硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)=0.001\text{mol/L}$ 。

A. 8. 3 仪器和设备

A. 8. 3. 1 数字毫伏计。

A. 8. 3. 2 碘离子选择电极。

A. 8. 3. 3 参比电极。

A. 8. 3. 4 电磁搅拌器。

A. 8. 4 试样溶液的制备

称取约 4.0g 试样（精确至 0.0001 g），置于烧杯中，加入准确量取 100mL 的水，用电磁搅拌器搅拌溶解，作为试样溶液。

A. 8.5 分析步骤

将碘离子选择电极及参比电极插入已溶解的试样溶液中，然后调整毫伏计的毫伏读数，在充分搅拌下，用硝酸银标准滴定溶液滴定。开始滴定时滴定量每次 0.5mL，渐渐加入，然后观察每次滴加的电位变化，并记录电位读数，当接近终点时，滴加速度降至每次 0.1mL，将测得的电位毫伏读数和相应的硝酸银标准滴定溶液的滴定体积作图，曲线的最大突跃点即为滴定终点，得出其对应的硝酸银标准滴定溶液的体积。

A. 8.6 结果计算

碘化钠以质量分数 w_8 计，数值用%表示，按公式(A.9)计算：

$$w_8 = \frac{c_2(V_4/1000)M_3}{m_7} \times 100\% \quad \text{(A.9)}$$

式中：

c_2 ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

V_4 ——滴定试样耗用的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

M_3 ——碘化钠的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) [M_3 (NaI) =149.89]；

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。

A. 9 砷的测定

A. 9.1 方法提要

赤藓红经湿法消解后，制备成试样溶液，用原子吸收光谱法测定砷的含量。

A. 9.2 试剂和材料

A. 9.2.1 硝酸。

A. 9.2.2 硫酸溶液：1+1。

A. 9.2.3 硝酸-高氯酸混合溶液：3+1。

A. 9.2.4 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种标准溶液。

A. 9.2.5 氢氧化钠溶液：1g/L。

A. 9.2.6 硼氢化钠溶液：8g/L(溶剂为1g/L的氢氧化钠溶液)。

A. 9.2.7 盐酸溶液：1+10。

A. 9. 2. 8 碘化钾溶液: 200g/L。

A. 9. 3 仪器和设备

A. 9. 3. 1 原子吸收光谱仪

A. 9. 3. 2 仪器参考条件: 砷空心阴极灯分析线波长: 193.7nm; 狹缝: 0.5 nm~1.0nm; 灯电流: 6 mA~10 mA;

A. 9. 3. 3 载气流速: 氩气 250mL/min;

A. 9. 3. 4 原子化器温度: 900°C。

A. 9. 4 分析步骤

A. 9. 4. 1 试样消解

称取约 1g 试样 (精确至 0.001g), 置于 250mL 三角或圆底烧瓶中, 加 10mL~15mL 硝酸和 2mL 硫酸溶液, 摆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 5mL 硝酸-高氯酸混合液, 强火加热至溶液透明或微黄色, 如仍不透明, 放冷后再补加 5mL 硝酸-高氯酸混合溶液, 继续加热至溶液透明无色或微黄色并产生白烟 (避免烧干出现炭化现象), 停止加热, 放冷后加 5mL 水加热至沸, 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 10min, 放冷后移入 100mL 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. 9. 4. 2 测定

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

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含量。

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

A. 10 铅的测定

A. 10. 1 方法提要

赤藓红经湿法消解后, 制备成试样溶液, 用原子吸收光谱法测定铅的含量。

A. 10. 2 试剂和材料

A. 10. 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种标准溶液;

A. 10. 2. 2 氢氧化钠溶液: 1g/L。

A. 10. 2. 3 硼氢化钠溶液: 8g/L(溶剂为1g/L的氢氧化钠溶液)。

A. 10. 2. 4 盐酸溶液: 1+10。

A. 10. 3 仪器和设备

A. 10. 3. 1 原子吸收光谱仪。

A. 10. 3. 2 仪器参考条件: GB 5009.12-2010 第三法 火焰原子吸收光谱法。

A. 10. 4 分析步骤

可直接采用A.9.4.1的试样溶液和空白溶液。

按GB 5009.12—2010 第三法 火焰原子吸收光谱法操作。

两次平行测定结果的绝对差值不大于 1.0mg/kg, 取其算术平均值作为测定结果。

A. 11 锌含量的测定

A. 11. 1 方法提要

赤藓红经湿法消解后, 制备成试样溶液, 用原子吸收光谱法测定锌的含量。

A. 11. 2 试剂和材料

A. 11. 2. 1 锌 (Zn) 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锌相应浓度的三种标准溶液。

A. 11. 2. 2 氢氧化钠溶液: 1g/L。

A. 11. 2. 3 硼氢化钠溶液: 8g/L(溶剂为1g/L的氢氧化钠溶液)。

A. 11. 2. 4 盐酸溶液: 1+10。

A. 11. 3 仪器和设备

A. 11. 3. 1 原子吸收光谱仪。

A. 11. 3. 2 仪器参考条件: GB/T 5009.14-2003的第一法 原子吸收光谱法。

A. 11. 4 分析步骤

可直接采用本标准的A9.4.1的试样溶液和空白溶液。

按GB/T 5009.14—2003的第一法 原子吸收光谱法进行测定。

平行测定结果的绝对差值不大于 2.0mg/kg, 取其算术平均值作为测定结果。

附录 B

(规范性附录)

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: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.1\text{mol/L}$, 按GB/T601配制与标定。

B. 1. 4 玫瑰红酸钠指示液(称取0.1g玫瑰红酸钠, 溶于10mL水中, 现用现配)。

B. 1. 5 广范pH试纸。

B. 2 配制

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

B. 3 标定方法

吸取20mL硫酸标准滴定溶液，置于250mL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2min不褪色为终点。

B. 4 结果计算

氯化钡标准滴定溶液浓度以 $c(1/2\text{BaCl}_2)$ 计, 单位以摩尔每升mol/L表示, 按公式(B.1)计算:

$$c\left(\frac{1}{2} BaCl_2\right) = \frac{c_1 V_4}{V_5} \dots \dots \dots \quad (B.1)$$

式中：

c_1 — 硫酸标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_4 — 硫酸标准滴定溶液体积的准确数值, 单位为毫升 (mL);

V_5 ——消耗氯化钡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。