

## 8. 비소시험법

이 법은 검체에 함유된 비소의 허용 한도량을 시험하는 방법으로 그 양은 삼산화비소(arsenic trioxide,  $As_2O_3$ )의 양으로 나타낸다.

### 가. 비색법

#### 1) 시험용액의 조제

시험용액의 조제는 다음 방법에 따른다. 다만, 다음의 품목명란에 기재되어 있지 않은 품목의 경우에는 유사한 품목의 조제법 등을 참고로 하여 조제한다.

#### (1) 제1법

다음의 각 품목별로 규정하는 양의 검체를 달아 따로 규정이 없는 한 물 5mL를 넣고, 필요하면 가온하여 녹인 것을 시험용액으로 한다.

품목명	검체량
5'-구아닐산이나트륨, 구연산망간, 글루콘산동, 글루콘산망간, 글루콘산아연, L-글루타민, 글리세린, 글리신, 데히드로초산나트륨, L-라이신, L-라이신염산염, L-로이신, 5'-리보뉴클레오티드이나트륨, D-리보오스, 만니톨, D-말티톨, 메타인산나트륨, 메타인산칼륨, 베타인, DL-사과산, DL-사과산나트륨, 산성피로인산나트륨, L-세린, 소브산칼륨, 소브산칼슘, D-소비톨, D-소비톨액, 수산, 5'-시티딜산이나트륨, L-아르지닌, L-아스코브산나트륨, 아스파탐, 안식향산나트륨, DL-알라닌, L-알라닌, 에리토브산, 에리토브산나트륨, 염화마그네슘, 염화암모늄, 염화칼륨, 염화칼슘, 5'-우리딜산이나트륨, 5'-이노신산이나트륨, 이초산나트륨, 이타콘산, 제삼인산나트륨, 제삼인산칼륨, 제이인산나트륨, 제이인산암모늄, 제이인산칼륨, 제일인산나트륨, 제일인산암모늄, 제일인산칼륨, DL-주석산나트륨, L-주석산나트륨, 철클로로필린나트륨, 초산나트륨, 초산칼슘, 탄산수소암모늄, 탄산암모늄, 테아닌, L-트레오닌, 트리아세틴, 판토텐산나트륨, 판토텐산칼슘, 프로피온산나트륨, 프로피온산칼슘, L-프롤린, 피로인산나트륨, 피로인산칼륨, 호박산, 호박산이나트륨, 황산, 황산마그네슘, 황산아연, 황산제일철, L-히스티딘, L-히스티딘염산염	0.25g
황산나트륨	0.33g
L-글루탐산나트륨	0.4g

품목명	검체량
폴리인산나트륨, 폴리인산칼륨	0.5g
구연산, 구연산삼나트륨, 구연산칼륨, 빙초산	0.77g
D-자일로오스	1g
황산알루미늄암모늄, 황산알루미늄칼륨	0.25g (200℃, 4hr 건조 후 취함)
글루코노-δ-락톤, 글루콘산, L-발린, 수크랄로스, 요오드칼륨, 이.디.티.에이.이나트륨, 이.디.티.에이.칼슘이나트륨, DL-주석산수소칼륨, L-주석산수소칼륨, 탄산수소칼륨, DL-트레오닌, 푸마르산, 푸마르산일나트륨, 황산칼륨	0.25g, 물 10mL
황산망간	0.25g, 물 25mL
인산	0.38g, 물 20mL
락티톨	0.39g(무수물로서), 물 20mL
젖산나트륨	0.77g, 물 10mL
글루콘산칼륨	0.25g, 물 10mL
염산	5mL, 물을 가하여 50mL로 하고 그 중 5mL 취함
전해철	산불용물시험에서 얻은 여 액, 물을 가하여 100mL로 하고 그 중 25mL 취함
젖산	0.5g, 물 5mL를 가해서 섞 고 다시 물을 가해서 10mL로 하고 그 중 5mL 취함
피틴산	0.66g, 물을 가하여 10mL 로 하고 그 중 5mL 취 함
프로필렌글리콜	10g, 물을 가하여 200mL로 하고 그 중 5mL 취함
환원철	산불용물시험에서 얻은 여액, 물을 가하여 100mL로 하고 그 중 12.5mL 취함

## (2) 제2법

다음의 각 품목별로 규정하는 양의 검체를 달아 백금제, 석영제, 또는 도자기제의 도가니에 취하여 질산마그네슘의 에탄올용액(1→50) 10mL를 넣고 에탄올에 점화하여 연소시킨 다음 서서히 가열하여 450~550℃로 회화한다. 만일 탄화물이 존재하면 소량의 질산으로

적신 다음 다시 강열하고 450~550℃로 회화한다. 식힌 다음 잔류물에 염산 3mL를 가하여 수욕상에서 가온하여 녹인 것을 시험용액으로 한다.

품목명	검체량
<p>가티검, 감색소, 검레진, 결정셀룰로스, 계피산, 고풍색소, 구아검, 국, 규소수지, β-글루카나아제, 글루코만난, 글루코사민, α-글루코시다아제, 글루코아밀라아제, 글루코오스산화효소, 글루코오스 이성화효소, 글루콘산철, 글루타미나아제, L-글루탐산, 글리세린 지방산에스테르, 김색소, 나타마이신, 텍스트라나아제, 텍스트란, 동클로로필, 동클로로필린칼륨, 디부틸히드록시톨루엔, 5'-디아미나아제, 디아스타아제, 라우린산, 락색소, 락타아제, 레시틴, 로진, 로커스트콩검, 루틴, 리파아제, 마리골드색소, 말토게닉아밀라아제, 말트트리오히드로라아제, 말톨, 메틸β-나프틸케톤, 메틸셀룰로스, 메틸에틸셀룰로스, dl-멘톨, l-멘톨, 몰식자산, 몰식자산프로필, 무궁화색소, 뮤신, 미리스트산, 밀납, 바닐린, 베리류색소, 베타글리코시다아제, 변성호프추출물, 봉선화추출물, 부틸히드록시 아니솔, 비타민B<sub>2</sub>인산에스테르나트륨, 비타민C, 비타민E, 비트레드, 사일리움씨드검, 사프란색소, 셀룰라아제, 소르비탄지방산에스테르, 소브산, 스테아린산, 스테아린산칼슘, 스테아릴젯산나트륨, 스테아릴젯산칼슘, 스피룰리나색소, L-시스틴, 시아너트색소, 심황색소, 쌀겨왁스, 아디프산, 아라비노갈락탄, 아라비아검, 아미드펙틴, α-아밀라아제, α-아세토락테이트디카복실라아제, L-아스코브산칼슘, L-아스코빌스테아레이트, L-아스코빌팔미테이트, 아스파라지나아제, L-아스파라진, L-아스파르트산, 아조디카르본아미드, β-아포-8'-카로티날, 안나토색소, 안식향산, 안식향산칼륨, 안식향산칼슘, 알긴산, 알긴산나트륨, 알긴산암모늄, 알긴산칼륨, 알긴산칼슘, 알긴산프로필렌글리콜, 알파갈락토시다아제, 알팔파추출색소, 암모늄포스파타이드, 양파색소, 에스테르검, 에틸바닐린, 에틸셀룰로스, 엑소말토테트라히드로라아제, γ-오리자놀, 오징어먹물색소, 올레인산, 우레아제, 우유응고효소, 유동파라핀, 이리단백, 이소말트, 이온교환수지, 인베르타아제, 자단향색소, 자당지방산에스테르, 자일라나아제, 자주색고구마색소, 자주색옥수수색소, 자주색참마색소, 잔탄검, 적무색소, 적양배추색소, 젤란검, 조제해수염화마그네슘, DL-주석산, L-주석산, 지베렐린산, 차즈기색소, 차추출물, 차카테킨, 참깨유불검화물, 초산, 초산비닐수지, 치자적색소, 치자청색소, 치자황색소, 카나우바왁스, 카라기난, β-카로틴, 카로틴, 카복시메틸셀룰로스나트륨, 카복시메틸셀룰로스칼슘, 카복시메틸스타치나트륨, 카카오색소, 카탈라아제, 카페인, 카프릭산, 카프릴산, 칸텔릴라왁스, 커드란, 케르세틴, 클로로필, 키토사나아제, 키토산, 키틴, 타라검, 타마린드색소, 탄나아제, 터셔리부틸히드록시 퀴논, 토마토색소, d-토코페롤(혼합형), 트라가칸스검, 트랜스글루코시다아제, 트랜스글루타미나아제, 트립신, L-티로신, 파라옥시안식향산메틸, 파라옥시안식향산에틸, 파프리카추출색소, 파피아색소, 판크레아틴, 팔미트산, 퍼셀레란, 페룰린산, 펙틴, 펩신, 포도과즙색소, 포도과피색소, 포도중추출물, 포스포디에스테라아제, 포스포리파아제, 폴리감마글루탐산, ε-폴리리신, 폴리부텐, 폴</p>	0.25g

품목명	검체량
리소르베이트20, 폴리소르베이트60, 폴리소르베이트65, 폴리소르베이트80, 폴리아크릴산나트륨, 폴리이소부틸렌, 폴루라나아제, 프로테아제, 프로피온산, 프로필렌글리콜지방산에스테르, 피마자유, 피칸너트색소, 피페로날, 향신료올레오레진류, 헤미셀룰라아제, 헤스페리딘, 헴철, 홍국색소, 홍국황색소, 홍화적색소, 홍화황색소, 황산암모늄, 효소분해레시틴	
감초추출물, 비오틴	0.38g
나린진, 락토펜닌농축물, 미세섬유상셀룰로스, 분말셀룰로스, 석유왁스, 셀락, 유카추출물, 이노시톨, 자몽종자추출물, 중국, 카제인나트륨, 카제인칼슘, 킨라야추출물, 타마린드검, 토마틴, dl- $\alpha$ -토코페릴아세테이트, 풀루란, 효소처리루틴, 효소처리스테비아, 효소처리헤스페리딘, 히알루론산	0.5g
니신, 리소짐, 변성전분, 스테비올배당체, 카라멜색소, 카민, 코치닐추출색소	0.77g
시클로덱스트린시럽, 타우린	1g

(3) 다음의 각 품목별로 규정하는 방법으로 조제한 것을 시험용액으로 한다.

품목명	조제방법
과산화벤조일(희석)	이 품목 0.25g에 묽은 염산 5mL를 가하여 조용히 가열하고 즉시 얼음물에서 식힌 다음 여과하여 잔류물을 물 15mL로 씻고 그 씻은 액을 여액에 합쳐 이를 시험용액으로 한다.
과산화수소	이 품목 0.25mL를 취하여 물을 10mL로 한 다음 조금씩 백금도가니에 넣고 수욕상에서 조용히 가열하여 증발건고한 다음 그 잔류물에 소량의 물을 가하고 그 전량을 시험용액으로 한다.
과황산암모늄	이 품목 0.5g을 물 5mL에 녹이고 황산 1mL 및 아황산 10mL를 가하여 약 2mL가 될 때까지 증발농축한 다음 물을 가하여 10mL로 하고 그 중 5mL를 취하여 시험용액으로 한다.
구연산철 구연산철암모늄	이 품목 0.5g에 물 5mL, 황산 1mL 및 아황산 10mL를 가하여 약 2mL로 될 때까지 증발농축한 다음 물을 가하여 10mL로 하고 그 중 5mL를 취하여 시험용액으로 한다.
구연산칼슘	이 품목 0.77g에 묽은 염산 5mL를 가하여 가열하여 녹이고 이를 시험용액으로 한다.
규산마그네슘 규산칼슘	이 품목 2.5g을 250mL 플라스크에 취하여 0.5N 염산 50mL를 가하고 시계접시로 덮고 끓을 때까지 천천히 가열한다. 계속하여 30분간 끓이고 식힌 다음 불용물을 가라앉히고 상등액을 왓트만 No. 3 또는 동종의 여지로 여과한다. 불용물과 비이커를 뜨거운 물 10mL씩으로 3회 씻어 앞의 여지로 여과하고 식힌 후 물을 가하여 100mL로 하고 그 중 10mL를 취하여 시험용액으로 한다.

품목명	조제방법
규조토	이 품목 5g에 묽은 염산 50mL를 가하여 약 50℃에서 15분간 흔들며 섞으면서 증발하는 물을 보충하여 수욕중에서 때때로 진탕하면서 한 시간 가열하고 식힌 다음 여과한다. 여지상의 잔류물은 물로 씻고 세액은 여액과 합하고 물을 가해 100mL로 하고 그 중 2mL를 취하여 시험용액으로 한다.
글루콘산칼슘	이 품목 0.25g을 온탕 20mL에 녹여 이를 시험용액으로 한다.
글리실리진산이나트륨	이 품목 1.25g을 분해플라스크에 넣고 황산 10mL 및 질산 10mL를 가하여 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 그 액이 갈색을 나타낼 때에는 식힌 다음 질산 2mL를 추가하여 가열한다. 이 조작을 액이 무~엷은 황색이 될 때까지 반복한다. 이를 식힌 후 포화 수산암모늄용액 15mL를 가하고 다시 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 이를 다시 식힌 다음 물을 가하여 25mL로 하고 그 중 5mL를 취하여 이를 시험용액으로 한다.
금박	이 품목 0.2g을 취하여 백금제, 석영제 또는 자제도가니에 취하여 왕수 5mL를 넣고 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 주의하면서 물을 가하여 5mL로 한 것을 시험용액으로 한다.
동클로로필린나트륨	이 품목 0.5g 및 무수탄산나트륨 0.3g을 자제도가니에 넣고 브롬·브롬화칼륨시액 1mL를 가하여 잘 흔들어 섞고 수욕상에서 증발건고한 다음 약 400℃로 강열하여 거의 회화시킨다. 식힌 다음 잔류물에 브롬·염산시액 2mL 및 물을 가하여 10mL로 하고 그 중 5mL를 취하여 이를 시험용액으로 한다.
5'-리보뉴클레오티드칼슘 5'-시티딜산 5'-아데닐산 제삼인산칼슘 제이인산마그네슘 제이인산칼슘 제일인산칼슘 탄산마그네슘 탄산칼슘	이 품목 0.25g을 묽은 염산 5mL에 녹여서 이를 시험용액으로 한다.
메타중아황산나트륨	이 품목 0.25g을 정밀히 달아 150mL 비이커에 넣고 물 10mL를 가하여 녹이고 이에 질산 10mL 및 황산 5mL를 주의하면서 가해주고 수욕조에서 5mL가 될 때까지 증발건고한 후에 황산의 흰 연기가 날 때까지 열판위에서 가열하고 식힌 다음 물 10mL를 사용하여 비이커의 벽면을 주의하면서 씻어주고 다시 열판위에서 황산의 흰 연기가 날 때까지 가열하고 식혀준다. 수세와 연소시키는 조작을 반복하고 식힌 다음 물을 가하여 10mL로 한 액을 시험용액으로 한다.
메타중아황산칼륨 산성아황산나트륨 아황산나트륨	이 품목 2.5g을 달아 물을 가해 용해하여 25mL로 하고 이 용액 5mL를 취하여 황산 1mL를 가해 약 2mL가 될 때까지 증발 농축한 후 물을 가해 10mL로 하고 그 중 5mL를 취하여 이를 시험용액으로 한다.
메톡사이드나트륨	이 품목 5g을 새로 끓여서 식힌 물을 가하여 녹인 다음 100mL로 한 것을 시험용액 5mL에 염산(1→4)를 서서히 가하여 중화하고 수욕상에서 증발건고한 다음 잔류물에 물 5mL를 가하여 녹인 것을 시험용액으로 한다.

품목명	조제방법
DL-메티오닌 L-메티오닌	이 품목 0.5g을 500mL 분해플라스크에 넣고 황산 5mL 및 질산 5mL를 가하여 가열하고 때때로 질산 2~3mL를 추가하여 액이 무~엷은 황색이 될 때까지 가열을 계속한다. 식힌 다음 포화수산암모늄용액 15mL를 가하여 흰 연기를 발생할 때까지 가열농축하여 2~3mL로 한다. 식힌 다음 물을 가하여 10mL로 하고 그 중 5mL를 취하여 이를 시험용액으로 한다.
몰포린지방산염	이 품목 0.25g에 묽은 황산 5mL를 가하고 수욕 중에서 30분간 가열하여 식힌 다음 석출한 지방산을 에테르로 추출하여 제거하고 남은 액을 수욕상에서 증발농축하여 약 5mL로 하고, 이를 시험용액으로 한다.
백도토	이 품목은 0.5g에 묽은 염산 5mL를 가하여 15분간 흔들어서 섞으면서 70℃로 가열하고 빨리 냉각시킨 다음 여과한다. 잔류물을 묽은 염산 5mL 및 물 10mL로 씻고 씻은 액을 여액에 합쳐 물을 가하여 20mL로 하고 그 중 10mL를 취하여 이를 시험용액으로 한다.
벤토나이트	이 품목 0.77g에 묽은 염산 10mL를 가하여 15분간 흔들어서 섞으면서 70℃로 가열하고 급히 냉각시킨 다음 여과한다. 잔류물을 묽은 염산 10mL, 물 20mL로 차례로 씻고 씻은 액을 여액에 합쳐 물을 가하여 40mL로 하고 그 중 20mL를 취하여 이를 시험용액으로 한다.
분말비타민A	이 품목 1g을 분해플라스크에 취하고 질산 20mL를 가하여 내용물이 유동상이 될 때까지 약하게 가열한다. 식힌 다음 황산 5mL를 가하고 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 액이 아직 갈색을 나타내면 식힌 다음 질산 5mL를 추가하여 가열한다. 이 조작을 액이 무~엷은 황색이 될 때까지 반복한다. 식힌 다음 포화수산암모늄용액 15mL를 가하고 다시 흰연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 가하여 20mL로 하고 그 중 5mL를 취하여 이를 시험용액으로 한다.
비타민B <sub>2</sub>	이 품목을 색소시험법 중 비소에 따라 시험한다.
사카린나트륨	이 품목 1.25g을 분해플라스크에 취하고 질산 10mL 및 황산 5mL를 가하고 가열한다. 이 조작을 액이 무~엷은 황색이 될 때까지 반복하고 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 10mL 및 포화수산암모늄용액 15mL를 가하고 다시 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 가하여 25mL로 하고 그 중 5mL를 취하여 이를 시험용액으로 한다.
산성백토	이 품목을 미리 건조시킨 다음 2.5g을 250mL 비이커에 취하고 이에 염산(1→25) 100mL를 가해 주고 잘 섞은 다음 시계접시를 덮고 지나친 거품이 생기지 않도록 저어주면서 15분간 은근히 끓여 준다. 여지를 사용하여 뜨거운 상층액을 빠른 유속으로 200mL 플라스크에 여과시키고 여지위의 잔류물은 뜨겁게 가온시킨 염산(1→25) 25mL씩으로 4회 수세하고 앞의 여액 및 세액을 합한 다음 실온으로 식혀주고 염산(1→25)을 가하여 200mL로 하고 그 중 20mL를 취하여 이를 시험용액으로 한다.
산성알루미늄인산나트륨 염기성알루미늄인산나트륨	이 품목 0.25g에 염산(1→2) 10mL를 가하여 녹이고 물을 가하여 25mL로 한 것을 시험용액으로 한다.
산화마그네슘 수산화마그네슘	이 품목 0.25g에 염산(1→4) 5mL를 가하여 녹인 것을 시험용액으로 한다.

품목명	조제방법
산화칼슘	이 품목 0.25g을 묽은 염산 15mL에 녹인 것을 시험용액으로 한다.
삼이산화철	이 품목 1g에 염산(1→2) 30mL 및 질산 1mL를 가하여 가열하여 녹이고 수욕상에서 증발농축하여 약 5mL로 한 다음 물 15mL를 가하여 여과하고 불용물을 온탕으로 3회 씻고 그 씻은 액을 여액에 합치고 물을 가하여 50mL로 한다. 그 중 25mL를 취하여 이에 황산 1mL를 가하고 흰 연기가 발생할 때까지 증발농축한 다음 아황산 10mL를 가하여 약 2mL로 될 때까지 증발농축하고 물을 가하여 5mL로 하여 이를 시험용액으로 한다.
세스퀴탄산나트륨 탄산수소나트륨	이 품목 0.25g을 물 5mL에 녹이고 염산 2mL를 천천히 가한 다음 이를 시험용액으로 한다.
수산화나트륨	이 품목 50g을 새로 끓여서 식힌 물에 녹여 250mL로 하여 시험용액으로 한다. 이 시험용액 1.3mL에 물 5mL를 가하고 염산을 천천히 가하여 중화한 것을 시험용액으로 한다.
수산화나트륨액	이 품목에 새로 끓여서 식힌 물을 가하여 표시량으로부터 계산하여 수산화나트륨으로서 20%로 만들어 시험용액으로 한다. 이 시험용액 1.3mL에 물 5mL를 가하고 염산을 천천히 가하여 중화한 것을 시험용액으로 한다.
수산화암모늄 수산화칼륨	이 품목 0.25g을 물 5mL에 녹이고 염산을 가하여 중화한 액을 시험용액으로 한다.
수산화칼슘 인산철 피로인산제이철 피로인산철나트륨	이 품목 0.25g을 염산(1→2) 5mL에 녹이고 이를 시험용액으로 한다.
수용성안나토	이 품목 0.25g을 취하여 색소시험법 중 비소시험을 한다.
L-시스테인염산염	이 품목 1g을 100mL 분해플라스크에 넣고 황산 5mL 및 질산 5mL를 가하여 가열한다. 때때로 질산 2~3mL를 추가하여 액이 무~얇은 황색이 될 때까지 가열을 계속한다. 식힌 다음 포화수산화암모늄용액 15mL를 가하여 흰 연기가 발생할 때까지 가열농축하여 2~3mL되게 한다. 식힌 다음 물을 가하여 10mL로 하고 그 중 5mL를 취하여 시험용액으로 한다.
시클로덱스트린	이 품목 1g을 취하여 물 5mL 및 황산 1mL를 가하고 이에 아황산 10mL를 가하여 작은 비이커에 넣고 수욕상에서 가열하여 아황산이 없어져서 약 2mL가 될 때까지 증발하고 물을 가하여 5mL로 한 것을 시험용액으로 한다.
실리코알루미늄산나트륨	이 품목 10g을 250mL 비이커에 넣고 이에 0.5N 염산 50mL를 가해주고 시계접시로 덮은 다음 끓을 때까지 천천히 가열한다. 계속하여 15분간 약하게 끓이고 식힌 다음 불용물을 가라앉히고 상등액을 왓트만 No. 4 또는 동종의 여지로 여과한다. 불용물과 비이커를 뜨거운 물 10mL씩으로 4회 씻어 앞의 여지로 여과하고 식힌 후 물을 가하여 100mL로 하고 그 중 2.5mL를 취하여 이를 시험용액으로 한다.
아질산나트륨	이 품목 0.25g을 물 5mL에 녹여 염산 2mL를 가하여 수욕상에서 증발건고한 다음 그 잔류물에 물 5mL를 가하여 녹인 것을 시험용액으로 한다.

품목명	조제방법
염소	비휘발성물질시험에서 얻은 삼각플라스크의 잔류물을 새로 만든 왕수 2mL에 녹이고 물 250mL를 가하여 이를 시험용액(A)으로 한다. 이 액 1mL는 Cl <sub>2</sub> 1g에 해당된다. 시험용액(A) 10mL를 취하여 물로 희석하여 100mL로 하고 그 중 2.5mL를 취하여 이를 시험용액으로 한다.
염화제이철	이 품목 0.5g을 물 20mL에 녹이고 L-아스코르빈산 0.2g을 가하여 녹인 다음 이를 시험용액으로 한다.
올레인산나트륨	이 품목 5g에 열탕 30mL를 가하여 잘 섞은 다음 황산(1→20) 6mL를 가하여 석출된 지방산을 에테르로 추출하여 제거하고 남은 액에 물을 가해 50mL로 하고 그 중 5mL를 취하여 이를 시험용액으로 한다.
이산화규소	이 품목을 건조한 다음 10.0g을 정밀히 달아 비이커에 넣고 0.5N 염산 50mL를 가해 주고 시계접시를 덮은 후 15분간 끓여준다. 식힌 다음 100~150mL 원심분리튜브에 옮기고 불용성물질이 가라앉을 때까지 10~15분 원심분리한 다음 상등액을 여과지(Whatman No. 4 또는 이와 동등한 것)로 여과한 후 여액을 100mL 플라스크에 옮긴다. 잔류물에 뜨거운 물 10~15mL로 가하고 섞어준 다음 원심분리하고 상등액을 여과하여 여액에 합한다. 이 조작을 2번 더 반복한 다음 여액에 합하고 물을 가하여 100mL로 하고 그 중 2.5mL를 취하여 이를 시험용액으로 한다.
이산화티타늄	이 품목 10g을 250mL의 비이커에 취하여 염산(1→20) 50mL를 가하여 시계접시를 덮고 끓을 때까지 가열하고 다시 15분간 은근하게 끓여준 후 원심분리하여 불용물을 침강시킨 다음 상등액을 여과하고 사용한 비이커 및 잔류물을 열탕 10mL씩 3회 씻고 동일한 여지를 사용하여 여과하고 다시 사용한 여지를 열탕 10~15mL로 씻고, 세액을 여액에 합하고 식힌 다음 물을 가하여 100mL로 하고 그 중 7.5mL를 취하여 이를 시험용액으로 한다.
L-이소로이신	이 품목 0.25g을 1N 염산 10mL에 녹이고 이를 시험용액으로 한다.
자일리톨	이 품목 0.25g을 500mL 분해플라스크에 넣고 황산 5mL 및 질산 5mL를 가하여 조용히 가열한다. 다시 때때로 질산 2~3mL씩을 추가하여 액이 무~엷은 황색이 될 때까지 계속 가열한다. 식힌 다음 포화수산암모늄용액 15mL를 가하고 흰 연기가 발생할 때까지 가열 농축하여 2~3mL로 하고 암모니아수 또는 암모니아시액으로 중화하여 이를 시험용액으로 한다.
L-젖산마그네슘 주석산칼륨나트륨	이 품목 0.25g을 500mL 분해플라스크에 넣고 황산 5mL 및 질산 5mL를 가하여 조용히 가열한다. 다시 때때로 질산 2~3mL씩을 추가하여 액이 무~엷은 황색이 될 때까지 계속 가열한다. 식힌 다음 포화수산암모늄용액 15mL를 가하고 흰 연기가 발생할 때까지 가열 농축하여 2~3mL로 하고 암모니아수 또는 암모니아시액으로 중화하여 이를 시험용액으로 한다.
젖산철	이 품목 0.5g을 물에 녹여 25mL로 하고 황산 1mL 및 아황산 10mL를 가하여 약 2mL로 될 때까지 증발농축한 다음 물을 가하여 10mL로 하고 그 중 5mL를 취하여 이를 시험용액으로 한다.



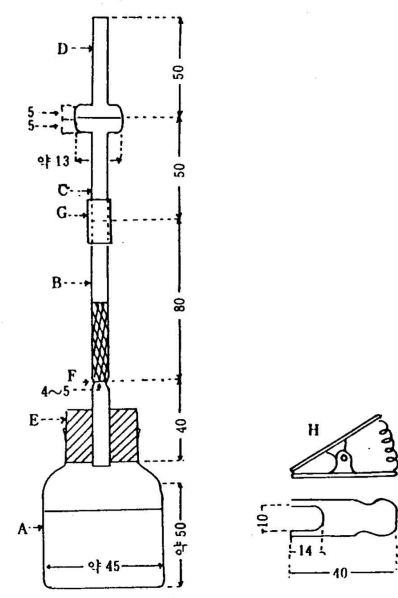
품목명	조제방법
젖산칼륨	이 품목을 젖산칼륨으로서 0.5g에 대응하는 양을 취하여 물 10mL에 녹이고, 황산 1mL 및 아황산 10mL를 가하여 약 2mL로 될 때까지 증발농축한 다음 물을 가하여 10mL로 하고 그 중 5mL를 취하여 이를 시험용액으로 한다.
젖산칼슘	이 품목 0.5g을 물 10mL에 녹이고, 황산 1mL 및 아황산 10mL를 가하여 약 2mL로 될 때까지 증발농축한 다음 물을 가하여 10mL로 하고 그 중 5mL를 취하여 이를 시험용액으로 한다.
제삼인산마그네슘	이 품목의 0.25g을 묽은 염산 10mL에 녹이고 이를 시험용액으로 한다.
젤라틴	이 품목 10g을 플라스크에 넣고 염산(1→4) 60mL를 넣어 마개를 막아 가열하여 녹이고 브롬시액 약 15mL를 섞어 가열하여 과량의 브롬을 날려보낸 다음 암모니아시액으로 중화하고 인산나트륨 1.5g을 넣어 식히고 마그네시아시액 약 30mL를 가하여 약 1시간 방치한 다음 석출한 침전을 여취한다. 이를 암모니아시액 1용량 및 물 3용량의 혼액 각 10mL를 가지고 5회 씻고 침전을 염산(1→4)으로 녹여 정확하게 50mL로 하고 그 중 5mL를 취하여 이를 시험용액으로 한다.
질산나트륨 질산칼륨	이 품목 2.5g을 물 10mL에 녹이고 염산 5mL를 가하여 증발농축하여 약 2mL로 하고 물을 가하여 50mL로 한다. 그 중 5mL에 황산 1mL를 가하여 흰 연기가 발생할 때까지 가열하여 식힌 다음 물 5mL를 가하여 이를 시험용액으로 한다.
차아황산나트륨	이 품목 2.5g을 물에 녹여 25mL로 하여 그 중 5mL에 황산 1mL를 가하여 약 2mL로 될 때까지 증발농축한 다음 물을 가하여 10mL로 하고 그 중 5mL를 취하여 이를 시험용액으로 한다.
카라야검 탄닌산	이 품목 0.25g을 취하여 분해플라스크에 넣고 황산 5mL 및 질산 5mL를 가하여 조용히 가열한다. 다시 때때로 질산 2~3mL씩을 추가하여 무~엷은 황색이 될 때까지 가열을 계속한다. 식힌 다음, 포화수산화암모늄용액 15mL를 가하고 황산의 흰 연기가 발생할 때까지 가열농축하여 2~3mL로 하고, 암모니아수 또는 암모니아시액으로 중화하여 이를 시험용액으로 한다.
탄산나트륨	이 품목 0.25g을 달아 물 5mL에 녹이고, 염산 1mL를 천천히 가하여 이를 시험용액으로 한다.
탄산칼륨(무수)	이 품목 1g을 물 10mL에 녹이고 염산 2mL를 천천히 가한 다음 물을 가하여 20mL로 하고 그 중 5mL를 취하여 이를 시험용액으로 한다.
탈크	이 품목 0.25g을 취하여 염산(1→4) 5mL를 가하여 잘 흔들어 섞으면서 끓을 때까지 서서히 가열하고 신속하게 냉각시킨 후 여과한다. 잔류물을 염산(1→4) 5mL에 이어 물 10mL로 씻고 세액을 여액에 합한 것을 시험용액으로 한다.
DL-트립토판 L-트립토판	이 품목 0.25g을 1N 염산 3mL 및 물 2mL의 혼액에 가열하여 녹이고 이를 시험용액으로 한다.

품목명	조제방법
퍼라이트	이 품목 5g에 묽은 염산 50mL를 가하여 약 50℃에서 15분간 흔들며 섞으면서 증발하는 물을 보충하여 수욕중에서 때때로 진탕하면서 한 시간 가열하고 식힌 다음 여과한다. 여지상의 잔류물은 물로 씻고 세액은 여액과 합하고 물을 가해 100mL로 하고 그 중 2mL를 취하여 이를 시험용액으로 한다.
L-페닐알라닌	이 품목 0.25g을 2N염산 10mL에 녹여 이를 시험용액으로 한다.
폴리텍스트로스	이 품목 0.25g(다만, 액체의 경우 고형분 0.25g에 대응하는 양)을 분해플라스크에 넣고 황산 5mL 및 질산 5mL를 가하여 조용히 가열한다. 다시 때때로 질산 2~3mL씩을 추가하여 무~엷은 황색이 될 때까지 가열을 계속한다. 식힌 다음 포화수산암모늄용액 15mL를 가하고 짙은 흰 연기가 발생할 때까지 가열농축하여 2~3mL로 하고 암모니아수 또는 암모니아시액으로 중화하여 이를 시험용액으로 한다.
푸마르산제일철	이 품목 1g을 취하여 물 10mL, 황산 10mL를 가하여 가온하여 용해시키고 식힌 후 물 30mL를 가하여 100mL 플라스크에 여과한다. 다음 침전물은 물로 씻고 그 씻은 액을 여액에 합하여 물을 가하여 100mL로 하고 그 중 25mL를 취하여 이를 시험용액으로 한다.
활성탄	시험용액 12.5mL를 취하여 수욕상에서 증발건조하고 물 5mL, 황산 1mL 및 아황산 10mL를 가하여 다시 수욕상에서 약 2mL로 될 때까지 증발 농축하고, 이에 물을 가하여 5mL로 한 것을 시험용액으로 한다.
황산동	이 품목 0.25g을 물 5mL에 녹여 초산 2mL 및 요오드칼륨 1.5g을 가하여 5분간 방치후 L-아스코르빈산 0.2g을 가하여 녹인 다음 이를 시험용액으로 한다.
황산칼슘	이 품목 1g에 염산 6mL 및 물 30mL를 가하여 수욕상에서 가열하여 녹이고 식힌 다음 물을 가하여 40mL로 하고 그 중 10mL를 취하여 이를 시험용액으로 한다.
효모	이 품목 2g을 500mL 분해플라스크에 넣고 물 20mL 및 질산 30mL를 가하여 잘 섞은 다음 천천히 가열하여 식히고 황산 10mL를 가하여 다시 가열하여 필요하면 질산 2~3mL씩을 추가하여 액이 무~엷은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 75mL 및 포화수산암모늄용액 25mL를 가하여 황산의 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 약 50mL를 가하여 식히면서 암모니아수 또는 암모니아시액으로써 중화하고, 필요하면 이를 100mL 이하로 증발농축한 다음 물을 가하여 정확히 100mL로 한다. 이 액의 20mL를 취하여 시험용액으로 한다. 다만, 표준색은 건조효모의 경우, 비소표준용액 5mL를 취하여 위의 시험용액과 같이 처리하여 만든 액 100mL 중 20mL를 가지고 만든다. 생효모의 경우, 표준색은 비소표준용액 6mL를 취하여 같은 방법으로 만든다. 액상효모의 경우, 표준색은 비소표준용액 3mL를 취하여 같은 방법으로 만든다.

품목명	조제방법
효소분해사과추출물	이 품목 0.5g을 취하여 분해플라스크에 넣고 황산 5mL 및 질산 5mL를 가하여 조용히 가열한다. 다시 때때로 질산 2~3mL씩을 추가하여 무~얇은 황색이 될 때까지 가열을 계속한다. 식힌 다음, 포화수산암모늄용액 15mL를 가하고 황산의 흰 연기가 발생할 때까지 가열농축하여 2~3mL로 하고, 암모니아수 또는 암모니아시액으로 중화하여 이를 시험용액으로 한다.
면류첨가알칼리제	<p><b>1. 고품면류첨가알칼리제</b> 이 품목 10g을 물에 녹여 200mL로 하여 A액으로 한다. A액 5mL을 묽은 염산으로 중화하고 이를 시험용액으로 한다.</p> <p><b>2. 희석분말면류첨가알칼리제</b> 이 품목 5g을 분해플라스크에 취하고 황산 15mL 및 질산 40mL를 가하여 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 액이 갈색을 나타내면 식힌 다음 질산 5mL를 추가하여 가열하면서 액이 무얇은 황색이 될 때까지 반복한다. 식힌 다음 포화수산암모늄용액 15mL를 가하고 다시 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물을 가하여 50mL로 하여 이를 B액으로 한다. B액 4mL를 시험용액으로 하여 비소시험법에 따라 시험할 때, 이에 적합하여야 한다(2.5ppm 이하). 다만, 표준색은 비소표준용액 12.5mL를 취하여 검체의 경우와 같이 처리하여 만든다.</p>
합성팽창제	이 품목 2.5g을 100mL 플라스크에 넣고 물 10mL를 가하여 거품이 그칠 때까지 가열한 다음 묽은염산 또는 수산화나트륨시액으로 중화하고, 염산 5mL를 가하여 수욕 중에서 30분간 가열하고 식힌 다음 물을 가하여 25mL로 한다. 그 중 5mL에 아황산 10mL를 가하여 약 2mL로 될 때까지 증발농축한 다음 물을 가하여 10mL로 하고 그 중 5mL를 시험용액으로 하여 비소시험법에 따라 시험할 때, 이에 적합하여야 한다. 다만, 암모니아수 또는 암모니아시액으로 중화할 때는 그 pH를 2.5~3.5가 되도록 조절한다(4ppm 이하).
혼합제제	<p><b>시험용액의 조제</b> : 검체소량을 가열하여 탄화할 때는 1법에 의하고, 탄화하지 아니할 때는 2법에 따라 만든다.</p> <p><b>1 법</b> : 검체 2g을 500mL 분해플라스크에 넣고 물 20mL 및 질산 30mL를 가하여 잘 섞은 다음 천천히 가열하여 식히고 황산 10mL를 가하여 다시 가열하여 필요하면 질산 2~3mL씩을 추가하여 액이 무~얇은 황색이 될 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 75mL 및 포화수산암모늄용액 25mL를 가하여 황산의 흰 연기가 발생할 때까지 가열한다. 식힌 다음 물 약 50mL를 가하여 식히면서 암모니아수 또는 암모니아시액으로써 중화하고, 필요하면 이를 100mL 이하로 증발농축한 다음 물을 가하여 정확히 100mL로 한다.</p> <p><b>2 법</b> : 검체 2g에 질산 10mL를 가하여 수욕상에서 15분간 가열하고, 식힌 다음 물 20mL를 가하여 여과하고 여과지상의 잔류물을 물 20mL로 씻어 그 씻은 액을 여액에 합쳐 암모니아수 또는 암모니아시액으로 중화하고 이를 100mL 이하로 증발농축한 다음 물을 가하여 정확히 100mL로 한다.</p>

## 2) 장치

다음 그림과 같다.



(단위 : mm)

- A : 발생병, 용량 약 60mL로서 40mL의 표선이 있다.
- B : 안지름 약 6.5mm의 유리관
- C 및 D : 접속부가 안지름 6.5mm 바깥지름 약 18mm로서 갈아맞춘 유리관으로 접속부의 내연과 외연이 등심원을 이루고 있는 것
- E : 고무마개
- F : 유리관 B의 협소부, 유리솜을 그 위치까지 넣는다.
- G : 고무판
- H : 집게

유리관 B에는 유리솜을 F부로부터 약 30mm 높이까지 채우고 초산 납시액 및 물의 같은 양의 혼액으로서 고르게 적시고 관의 하단으로부터 조용히 흡인하여 유리솜 및 기벽으로부터 과잉의 액을 제거한다. 사용직전 유리관 C 및 D의 접속부에 브롬제이수은지를 끼우고 집게로서 양관을 고정한다.

## 3) 조작법

따로 규정이 없는 한, 발생병에 규정량의 시험용액을 넣고 필요하면 암모니아수 또는 암모니아시액으로 중화하고 염산(1→2) 5mL 및 요오드칼륨시액 5mL를 가하여 2~3분간 방치한 다음 산성염화제일 주석시액 5mL를 가하여 10분간 방치한다. 이어 물을 가하여 40mL

로 하고 사상아연 2g을 가하여 즉시 유리관 B, C 및 D를 꽂은 고무 마개 E를 막고 25°C의 수중에 발생병의 약 4분의 3까지 넣어 1시간 방치한다.

#### 4) 표준색의 제법

따로 규정이 없는 한, 발생병에 비소표준용액 1mL 또는 규격에 대응하는 양을 넣고 위의 시험용액의 경우와 같이 처리한다.

#### 5) 비소한도

2) 및 3)의 조작을 될 수 있는 대로 동시에 하고 장치는 적어도 2개씩을 써서 시험하되 조작한 다음 즉시 브롬제이수은지를 꺼내어 직사광선을 피하여 곧 비색한다. 이 때 2)에서 얻은 색이 3)에서 얻은 색보다 진하여서는 아니 된다. 같은 조작에 의하여 얻은 정색의 정도가 다를 때에는 조작을 다시 한다.

#### 6) 조작상의 주의

- (1) 이 시험 및 시험용액의 제조에 사용하는 시약은 공시험에서 정색되지 아니하거나 거의 정색되지 아니하는 것을 써야 한다.
- (2) 발생가스가 새지 아니하도록 브롬제이수은지를 끼우는 갈아 맞춘 부분의 연결을 긴밀히 하여야 한다.
- (3) 브롬제이수은지의 정색은 빛, 열, 습기 등에 의하여 퇴색하므로 비색은 즉시 하여야 하며 데시케이타에 차광하여 두면 잠시 보존할 수 있다.

## 나. 기기분석법

### 1) 시험용액의 조제

#### (1) 습식분해법

시료 5~10g을 분해플라스크에 취해 물 50~70mL, 질산 10~40mL를 넣고 혼합하여 방치한다. 다음에 조용히 가열하여 격렬한 반응이 그치면 식힌 다음 황산 5~20mL를 넣고 다시 조용히 가열한다. 내용물이 끓기 시작하면 질산 2~3mL씩을 추가하면서 가열을 계속하여 내용물이 미황색~무색이 되었을 때 분해가 끝난 것으로 한다. 분해액을 식힌 후 물 30~50mL, 포화수산암모늄용액 10~25mL를 가해서 황산의 흰 연기가 발생할 때까지 가열하고 식힌 다음 물로 일정량으로 하여 시험용액으로 한다. 공시험용액에 대해서도 같은 조작을 하여 시험용액을 보정한다. 표준용액에 대해서도 상기와 같은 공시험용액에 희석한다.

#### (2) 마이크로웨이브법

시료 일정량(0.5~1.0g)을 Microwave digestion system에 넣고 질산 7mL 및 30% 과산화수소 1mL을 가한 후 가온하면서 분해한다. 메스플라스크 등에 옮겨 일정량(시료채취량에 따라 달라짐)으로 한다. 또는 공시험용액에 대해서도 같은 조작을 하여 시험용액을 보정한다. 표준용액에 대해서도 상기와 같은 공시험용액에 희석한다.

산성백토, 백도토, 벤토나이트, 텔크, 규조토, 탄산마그네슘 등 불용성의 물질의 경우에는 시료 0.5g을 정밀히 달아 석용 또는 테트라플

루오로메탄제의 마이크로웨이브용 용기의 기벽에 닿지 않도록 조심하여 넣는다. 질산 7mL, 염산 2mL 및 황산 1mL을 처리하여 분해하고 상온으로 식힌 다음 메스플라스크 등에 옮겨 물을 넣어 50mL로 한다. 따로 공시험용액에 대해서도 같은 조작을 하여 시험용액을 보정한다. 표준용액에 대해서도 상기와 같은 공시험용액에 희석한다.

### (3) 용매추출법

무기염의 농도가 높은 품목 등은 이 시험법을 적용할 수 있다.

#### 가) 시약

(가) MIBK(Methyl isobutyl ketone) 또는 클로로포름

(나) DDTC(Diethyl dithiocarbamic acid), silver를 포함하지 않은 것

#### 나) 시험조작

시험용액 및 공시험용액을 분액깔대기에 각각 10~50mL 취한 후, 각각에 25% 구연산암모늄용액 2~10mL 및 브롬티몰블루(BTB)시액 2방울을 가한 다음 액의 색이 황색에서 연한 녹색이 될 때까지 암모니아수로 중화하고 이에 40% 황산암모늄시액 2~10mL 및 물을 가하여 일정량으로 한다. 여기에 10% DDTC 용액 1~5mL를 넣고 흔들어 준 후 MIBK(또는 클로로포름) 20mL를 가하여 심하게 진탕하여 정치하고 MIBK(또는 클로로포름)층을 취한다. 다시, MIBK(또는 클로로포름) 20mL로 위의 과정을 되풀이 한 후 여액을 합한다. 분배액을 열판에서 80℃로 가열하여 용매를 모두 날려버리고 잔류물에 질산 7mL, 과산화수소 1mL를 넣고 다시 열판에서 가열하여 완전히

분해·건조시킨다. 잔류물은 1 N 질산용액으로 재용해하여 시험용액으로 한다. 표준용액에 대해서도 같은 조작을 하여 얻는다.

## 2) 원자흡광광도법

### 가) 비소표준용액

V. 4. 표준용액 중 비소 표준원액에 따라 삼산화비소( $As_2O_3$ )를 사용하여 조제한다. 다만, 시판 중인 비소표준용액을 사용할 경우 삼산화비소( $As_2O_3$ )로 환산한다.

### 나) 시험조작

상기 시험용액의 조제를 거친 후 18. 원자흡광광도법에 따른다.

## 3) 유도결합플라즈마발광광도법

### 가) 비소표준용액

V. 4. 표준용액 중 비소 표준용액에 따라 삼산화비소( $As_2O_3$ )를 사용하여 조제한다. 다만, 시판 중인 비소표준용액을 사용할 경우 삼산화비소( $As_2O_3$ )로 환산한다.

### 나) 시험조작

상기 시험용액의 조제를 거친 후 19. 유도결합플라즈마발광광도법에 따른다(염이 많은 식품첨가물의 목적원소의 질량값을 측정하는 경우, 매질에 의한 양의 오차를 줄이기 위해 반응가스( $NH_3$ ,  $O_2$ ,  $He$ ,  $CH_4$  gas 등)를 통해 방해요인을 제거한다).

## 4) 원자흡광광도법 또는 유도결합플라즈마발광광도법(환원기화법)

### 가) 분석원리



시험용액을 환원기화장치를 이용하여 흡광도와 발광광도를 측정한다.

나) 시약 및 시액

① 요오드화칼륨(KI)

② 수소화붕소나트륨( $\text{NaBH}_4$ )

③ 수산화나트륨(NaOH)

④ 염산(HCl)

⑤ 비소표준용액 : V. 4. 표준용액 중 비소 표준용액에 따라 삼산화비소( $\text{As}_2\text{O}_3$ )를 사용하여 조제한다. 다만, 시판 중인 비소표준용액을 사용할 경우 삼산화비소( $\text{As}_2\text{O}_3$ )로 환산한다.

다) 시험조작

시험용액 희석 시 1% 질산으로 한다. 시험용액 및 공시험용액에 요오드화칼륨 3g을 넣고 1시간 방치한 후, 시험용액 및 공시험용액, 1:1 염산, 0.6~1.0% 수소화붕소나트륨용액, 0.1~0.5% 수산화나트륨용액을 환원기화장치에 주입한 다음 비소의 흡광도와 발광광도를 측정한다.