

食品卫生检验手册

食品添加剂检验分册

天津科技翻译出版公司



61.15073

418

2

食品卫生检验手册

添加剂检验分册

(日)食品卫生协会编

中华人民共和国进出口商品检验局

《食品卫生检验手册》编辑委员会译

2K564/27

天津科技翻译出版公司



津新登字(90)010号

**食品卫生检验手册
编译委员会**

主 编：吕保英
常务副主编：戴立贤 王兴禄
副 主 编：赵国君 赵洪根 王德富 姜 荣
 胡正生 郑家萍 李学文 丁根宝
常 务 编 委：王树清 王俊卿 田克智 侯凤琴
编 委：（按姓氏笔划排列）
 刘胜利 齐素英 李寅宾 吴文华 闵锦荣
 陈品华 郝士海 赵春风 唐守亭 郭 然
 黄金婷 富恩承 董雅娟
责 任 编 辑：袁 永 崔乃敏 李小英

**食品卫生检验手册
添加剂检验分册**

天津科技翻译出版公司出版

（邮编：300192）

新华书店天津发行所发行

天津武清印刷厂印刷

开本 787×1092 1/16 印张：（总）80 字数：（总）1860（千字）

1993年12月第1版 1993年12月第1次印刷

印数：1～2000册

书号：ISBN 7-5433-0634-4/TS·12

定价：（总）136.00元（共3册）

本书简介

《食品卫生检验手册》一书,过去,在我国都道府县等食品卫生试验研究机关,指定检验机关和食品制造厂的检查部门等方面,均已被广泛采用。

为了适应近年来科学技术,分析仪器,试验方法等的进步和发展,我们将《食品卫生检验手册》一书,改编成《理化学分析编》;《微生物试验编》;《食品中食品添加剂分析法编》三册,出版发行。

其中,食品中食品添加剂分析法,过去使用的是福利部从公元1981年到1982年5月公布的方法,这一次,《食品中食品添加剂分析法编》的改编,是根据福利部下达各都道府县等的通知精神,以及在《食品卫生检验手册》中记载的通知内容进行改编、出版、发行的。

本书有:通则25项,一般抽样法,各种食品添加剂分析法(120种)组成,这次《食品中食品添加剂分析法》主要的改编要点如下:

1. 收集刊载的顺序是:前言,目录,通则,一般抽样法,刊载各种参考文献,后记等。
2. 各种的排列,过去是根据无机化合物,有机酸等的化学结构分类的,但是,食品中使用食品添加剂在进行实际分析时,往往是根据与使用标准相关的用途和性能方面进行分析的,因此,这次在各种中以不同的用途来收集食品添加剂,并将日常分析中使用频度高的,按用途的顺序进行排列。

此外,食品中食品添加剂进行分析时,往往是把化学结构相类似的添加剂同时进行测定,因此,在各种中把化学结构相类似而有其他用途的食品添加剂,也作为同一测定对象而收集进来。这样的食品添加剂,在各种中附加*记号而进行收集刊载(例:第11章调味剂,酸味剂中的66,乳酸及其盐类是乳酸的分析方法,第19章强化剂中的104,铁化合物中包含的乳酸铁,附加*记号,在66乳酸及其盐类中一起收集刊载)。

符合不同用途的食品添加剂表示在目录中,个别食品添加剂在各种中收集在某页之中,可以通过最后的索引得到检索。

3. 通则以第5版食品添加剂公定书(以下称“公定书”)为标准进行修改。

(1) 计量单位方面,改正的有:I改为L,M改为mol,追加的有:毫摩尔浓度mmol,微摩尔 μmol ,摩尔浓度M,毫摩尔浓度mM以及千赫(兹)KHZ。

(2) 关于重量百分率,写明了重量对容量时,溶解物的量表示为无水物的意思。

(3) 将温度表示 $^{\circ}\text{C}$,改正为阿拉伯数字的右肩上附加 $^{\circ}$ 符号来表示。

(4) 在加热进行的场合,追加了水浴上或水浴中的说明。

(5) 关于试验分析方法,有规定方法以上的精度时,这种方法是可以采用的,但当其结果有怀疑时,仍然应用规定方法进行最终制定。

(6) 减压,写明是15mmHg以下的意思。

(7) 表示液性是酸性,碱性或中性时,可用石蕊试纸,液性要详细表示时,应采用PH值。

(8) 硫酸(1 $\rightarrow$ 10)等,写明了是用水稀释的意思。

(9) 标准版的制备中,删除了用于标准品评价的有关规定。

(10) 所谓重量的“准确的称量”,其测定的误差,是应该称重量的 $\pm 0.1\%$ 以下。

(11) 试验注明了可在常温下进行的意思。

(12)详细写出记载数值的说明。

(13)关于测定值和实验值的处理、测定值通常用 2 位有效数表示,实验值计算到 3 位数,第 3 位数进行四舍五入。

4. 食品添加剂的名称,以公定书内收集刊载的名称为准。

5. 有机化合物分子式的元素的记载顺序,在 C、H 的右下侧记载元素记号。

6. 食品添加剂的结构式尽量考虑立体配置并进行记载。

7. 各种中分析法的记载方法和用语,仿效公定书的记载。

8. 各种中追加了 1982 年以来新指定的下列食品添加剂的分析方法。

 锌盐类(葡糖酸锌及硫酸锌)/己二酸/阿司帕坦/乙二胺四乙酸钙二钠/乙二胺四乙酸二钠/柠檬酸异丙酯/葡糖酸亚铁/铜盐类(葡糖酸铜和硫酸铜)/二氧化硅/二氧化钛/丙酸。

9. 过去,评定食品添加剂用复数的分析方法,这次制定使用标准时,只确定一种分析方法,使用标准是否合适根据试验法的实践来判定,也可以参考其他分析方法,并进行表示。

10. 关于试剂、试液的修改,和分析方法的修改同时进行。

通则

1. 本书收集刊载了食品中含有食品添加剂的含量、限量等分析时的标准分析方法。
2. 本书为了记载简化,由通则,一般抽样法和品种各论以及有关分析操作等组成。
3. 品种各论中最初列举的名称,就是添加到食品中物质的名称。

食品添加剂由于性质的不同,添加到食品中而残留于食品内,不是食品制造工程中使用后在最终食品中的残留,与使用后不停留于原化学形态等也有不同之处。此外,食品添加剂由于本质的差异,有的使用于食品中和食品中的成分发生同化,或在食品中作为异物而存在等也有所不同。每个食品添加剂在食品存在的形态有很大的差异。本书以食品添加剂的化学物质的使用实态为前提,制定了分析方法,有时未必只把添加物质作为测定对象。

本书的分析方法具有定量值的意义,所以在品种各论的开头给予记载。

单位和符号

4. 下表左栏所列是表示长度、面积、容量、重量和压力的单位,右栏所列是表示各自所采用的符号。

米	m	厘米	cm
毫米	mm	微米	μm
纳米	nm	平方厘米	cm^2
立升	L	毫升	mL
微升	μl	公斤	Kg
克	g	毫克	mg
微克	μg	纳微克	ng
摩尔浓度	M	毫摩尔浓度	mM
摩尔	mol	毫摩尔	mmol
微摩尔	μmol	千赫(兹)	KHz
当量(规定)	N	毫米汞柱	mmHg

5. 重量百分率的表示,用%的符号,重量对容量用 w/v%,容量对容量用 v/v%,容量对重量用 v/w%的符号,w/v%时的溶解物的量,以无水物表示。

6. 温度的表示,用摄氏法,在阿拉伯字的右肩加°来表示。

7. 标准温度为 20°,常温为 15~25°,室温为 1~35°,微温为 30~40°。温水或温开水为 60~70°热开水约为 100°,冷水指 15°以下的水,此外,所谓冷所,除另有规定外,指 0~15°的场所,所谓冷后,指加热或加温的物质下降到室温时的温度状态,所谓水浴上或水浴中加热,除另有规定外,是指用沸腾的水浴或约 100°蒸气浴进行加热的意思。

分 析

8. 代替规定方法的方法,当其精密度在规定方法以上时,这种方法是可以使用的,但当其结果发生怀疑时,仍应以规定方法的结果进行最终判定。

9. 分析用水,除另有规定外,指用蒸馏水或精制水。

10. 减压,除另有规定外,指 15mmHg 以下。

11. 表示液性的酸性,碱性或中性时,除另有规定外,可用石蕊试纸进行分析,要详细的表示液性则用 PH 值。

12. 记载微酸性、弱酸性、强酸性、微碱性、弱碱性或强碱性,大体是根据酸性或碱性的程度来表示,在 PH 的范围内,作如下划分

微酸性 约 5~6.5

弱酸性 约 3~5

强酸性 约 3 以下

微碱性 约 7.5~9

弱碱性 约 9~10

强碱性 约 11 以上

13. 溶解物名下记载溶液,特别是没有表示溶剂名的,其溶液就是指水溶液。

14. IN 盐酸,硫酸(1→10),50v/v%,乙醇等液状的溶剂名,若单纯的表示浓度,除另有规定外,均表示是用水稀释的。

15. 溶液的浓度记载成(1→15),(1→100)时,表示固形药物 1g 或液状药物 1mL 溶解于溶剂中,全量各自为 5mL,100mL 的比例。此外,混合液记载成(10:1)或(5:3:1)时,表示液状药物 10 容量和 1 容量的混合液,或 5 容量与 3 容量和 1 容量的混合液。

16. 用于制备标准液的标准品,除另有规定外,记载名称凡是符合食品添加剂规格的食品添加剂或符合日本工业规格最高级规格的化学物质,分析前至少在室温条件下,保存在干燥器内 5h 以上,方可使用。

17. 用于分析的如下试剂,除另有规定外,应采用符合日本工业规格的最高级的规格。盐酸、硫酸、硝酸(比重 1.42),冰醋酸[日本工业规格的醋酸],氢氧化钠,氢氧化钾,氨水(28~30%),三氯甲烷,正己烷[日本工业规格的己烷],丙酮,苯,乙醚,氯化钠。

18. 试剂、试液等的记载方面,凡作[特级]或[1 级]等的记载的,表示其符合日本工业规格的特级或 1 级等的规格,此外,凡作[日局]或[食添]的记载的,表示各自符合日本药局方或食品添加剂规格。

19. 所谓重量的准确称量,除另有规定外,应有测定误差在应称量的 $\pm 0.1\%$ 以下进行称量的意思。

20. 所谓容量的准确称量,除另有规定外,应有用无刻度吸管,微型注射器,滴定管或同等程度以上精度的容量进行计量的意思。另外,如有准确到 100mL 等的记载时,除另有规定外,应用量瓶计量。

21. 在分析的记载中,所谓“空白分析进行校正”,除另有规定外,不得使用试样,如有必

要,可用和试样同量的水,用试样分析操作同样的方法,制备成空白试样溶液,进行测定,以校正试样的测定值。

22. 在试样的分析,空白,分析及标准品分析等一系列同样试验方面,用于分析的试剂和试液,应采用同一批次或制备的同一物品。

23. 分析,除另有规定外,指在常温条件下进行。

24. 记载数值,除另有规定外,原则上是通过四舍五入而得到数值量。但是表示一位数字时,或附加约字时,意味着其数值量是记载数值的 $\pm 10\%$ 范围的量。

25. 按照本书的方法测得的测定值,通常用二位有效数字表示,这时的实验值往往计算到三位数,三位数进行四舍五入。

一般试样抽样方法

食品添加剂是在食品制造时或加工时添加或混合等进入食品中的物质,应均一地分布于整体食品之中。液体食品时,均一分布是容易的,但,固体或含有固体的食品中的食品添加剂的分布,就发生了实际问题,不可避免地多少有些不匀。另外,某些场合,采用喷雾、涂布、浸渍、接触等特殊使用方法,就全体食品而言,当然不存在有均一性的问题。另一方面,随食品而异,有些食品本身是有多种原料食品的集合体或混合物组成的,这些原料食品中,每个中间都使用着不同的食品添加剂。这些给抽样和检测都带来了困难。

本书是从食品卫生角度,刊载着希望使用的食品中食品添加剂的分析方法。因此,食品中食品添加剂的分布既然是不均一的,那末,抽样时要考虑到该食品当作一个单位,把在吃食中加有多少比率作为进行分析的目的。

从这个观点出发,品种各论中除另有记载外以及具有特定目的进行检查时,当作为分析对象的食品检样进行抽样时,原则上应以如下几点为前提。

1. 对象食品,应是一般人购入为对象的流通食品。

2. 根据食品检样的抽样数量,在可能的范围内,希望数量多,且从不偏僻的地方抽得的为好。

3. 在同一条件下,把食品添加剂使用于同一种类的食品群(以下称“批次”)作为分析对象时,必须抽取平均的具有代表性的试样,以求得食品添加剂的测定值。

4. 把铺面商品作为检测对象时,除着眼于批次的方法外,也可把同一商标或同一企业的同一制品作为对象,应符合抽取全体平均值的试样方法,以得到食品添加剂的测定值。

5. 该食品由可食部、非可食部组成,通常只把可食部分作为分析对象。

以上几点是原则性的,通常,至少以如下表示方法,能得到更均一试样的方法来制备试样。

1 容器或包装单位的食品

1.1 内容量不足 500 克或 500mL 的场合。

1.1.1 液状或流动性食品

随意抽取 1 容器或 1 包装以上,充分摇晃混和后开封,从各个容器或包装中抽取一定量,合并于量瓶等内,充分混和,作为方式样(通常,100~300g,以下同),试样用磨塞密封保管,分析前量取试样时,再次充分摇荡混匀。

1.1.2 固体食品

1.1.2.1 食品中食品添加剂分布较为均一时。

随意抽取 1 容器或 1 包装以上,开封,从各个容器、包装中,用不影响试验的小刀、剪刀等用具,采取如下方法之一,抽取一定量食品检样,充分混和,作为试样。

(1)从食品的表、里、两侧面或内部中央 3~5 处的一定部分,每个部位抽取一定量。

(2)将食品作均等的轮状切开,或作对称形4等分或8等分,采取其 $\frac{1}{4} \sim \frac{1}{2}$ 。

(3)1容器或1包装的内容量少时,抽取全量。

试样或细切搅拌,或加热溶解,或用研钵,匀质器磨碎,使之均一,在磨塞量瓶中保管,但是,均一试样若在保管中出现分离现象,最好是用时进行制备。

本操作中磨碎时,分析时试样的采取量限于相应正确地称取,因此最好加少量的水或品种各论中最初的抽提溶剂。

1.1.2.2 食品中食品添加剂分布不均一时和各种食品的复合体成为一个食品时。

随意抽取尽量多数的容器或包装,按1.1.2.1食品中食品添加剂分布较为均一时的标准调制试样。但是,从各个容器,包装中采取试样时,必须考虑到磨碎、粉碎能使食品添加剂均一分布于全体食品之中,或构成试样的各种食品的组成比例能使全体食品均有同一组成比例。

1.2 内容量在500g或500mL以上,1kg或1000mL以下时

按上述(1)或下述(3)的方法处理。

1.3 内容量超过1kg或1000mL时

1.3.1 液状或流动性食品

随意抽取1容器或1包装,充分振荡混和后开封,抽取试样的适当量,作为试样。试样保管于磨塞量瓶内,分析前量取试样时,再次充分振荡混和。

1.3.2 固体食品

随意抽取1容器或1包装,有可能2容器或2包装,开封,如有必要从容器等中取出,每一个容器或包装为一个单位,用不影响试样的小刀,剪刀等用具,从食品检样的全表面,大体上不偏向地选取4处以上的点,削去表面取其1~3cm以下的内部部分,每个部分各取一定量,合并,并充分混和,作为试样,以下以1.1.2.1食品中食品添加剂分布较为均一时的标准进行处理。

食品添加剂在食品中分布不均一时,变更上述表面部分,内部部分的抽取点个数,照顾到全体食的均一分布性。另外,各种食品的复合体时,要照顾到其组成比例和全体食品的比例相一致,由此而制备试样。

2 非容器或非包装的食品

食品制造业者,在制造后往往将制造食品进行适当的小分割和小分段,而供应铺面销售这样制造单位就不明确,有时食品原料以目测分量进行混合制造,这样食品添加剂的含量经常不能稳定,因此要抽取到有代表性的食品试样,一般说来就有困难。所以,这样的食品检样,应以1容器或1包装为一个食品单位为标准。通常,如有必要,从3个检样以上,分别进行磨碎,粉碎后,抽取一定量,充分混和,作为试样。另外加冰清凉饮料水等往往随着时间及食品原料的浓度而起变化,就必须每隔一定时间抽取试样。总之,抽取食品检样时,应取尽可能多的检样为对象,此外,抽取点的个数也希望尽可能的多一点。

目 录

序 略

策划与编辑 略

发刊词 略

本书简介

通则

分析

一般试样抽样方法

第1章 防腐剂 (1)

1. 苯甲酸及和苯甲酸钠 (3)

2. 山梨酸和山梨酸钾 (6)

3. 脱氢乙酸和脱氢乙酸钠 (8)

4. 对羟基苯甲酸酯类 (10)

5. 丙酸及其盐类 (15)

第2章 抗氧化剂 (17)

6. 乙二胺四乙酸钙二钠(EDTA·Ca·2Na)和乙二胺四乙酸二钠(EDTA·2Na) (19)

7. 异抗坏血酸红山梨酸和异抗坏血酸钠(红山梨酸钠) (23)

8. 柠檬酸异丙酯 (25)

9. 半胱氨酸盐酸盐 (29)

10. 二丁基羟基甲苯(BHT) (31)

11. dl- α 生育酚 (34)

12. 叔丁基-4-羟基茴香醚(BHA) (36)

13. 没食子酸丙酯(PG) (38)

第3章 杀菌剂 (40)

14. 过氧化氢 (43)

15. 次氯酸及其盐类 (46)

第4章 漂白剂 (49)

16. 亚氯酸钠 (51)

17. 二氧化硫和亚硫酸盐类 (54)

第5章 防霉剂 (61)

18. 磷苯基苯酚(羟基联苯)和磷苯基苯酚钠(羟基联苯钠) (63)

19. 联苯(联二苯) (66)

20. 2-(4-噻唑基)苯并咪唑(涕必灵) (68)

第6章 增稠剂·稳定剂·胶化剂 (73)

21、藻酸钠和藻酸丙二醇酯·····	(75)
22、酪蛋白和酪蛋白钠·····	(78)
23、纤维素和淀粉的羧甲基衍生物·····	(80)
24、聚丙烯酸钠·····	(82)
25、甲基纤维素·····	(84)
第7章 发色剂·····	(87)
26、亚硝酸钠·····	(89)
27、硝酸钾和硝酸钠·····	(91)
第8章 色调稳定剂·····	(95)
28、葡萄糖酸亚铁·····	(97)
第9章 着色剂·····	(99)
29、 β -胡萝卜素·····	(101)
30、三氧化二铁·····	(104)
31、食用红2号及其铝色淀·····	(106)
32、食用红3号及其铝色淀·····	(110)
33、食用红102号·····	(111)
34、食用红104号·····	(112)
35、食用红105号·····	(114)
36、食用红106号·····	(115)
37、食用黄4号及其铝色淀·····	(117)
38、食用黄5号及其铝色淀·····	(118)
39、食用绿3号及其铝色淀·····	(119)
40、食用蓝1号及其铝色淀·····	(121)
41、食用蓝2号及其铝色淀·····	(123)
42、水溶性胭脂树橙·····	(124)
43、叶绿素铁钠盐·····	(127)
44、叶绿素铜盐和叶绿酸铜钠盐·····	(129)
45、二氧化钛·····	(131)
第10章 甜味剂·····	(133)
46、天门冬酰苯丙氨酸甲酯(甜味素)·····	(135)
47、甘草酸二钠和甘草酸三钠·····	(139)
48、糖精和糖精钠·····	(143)
49、D-山梨糖醇·····	(147)
第11章 调味剂,酸味剂·····	(153)
50、L-天门冬氨酸钠·····	(155)
51、DL,丙氨酸·····	(158)
52、L-精氨酸 L-谷氨酸盐·····	(159)
53、甘氨酸·····	(161)
54、L-谷氨酸和 L-谷氨酸钠·····	(162)

55、L-茶氨酸	(163)
56、5'-肌酐酸二钠	(166)
57、5'-尿酐酸二钠	(170)
58、5'-鸟酐酸二钠	(171)
59、5'-胞酐酸二钠	(172)
60、5' 核糖核酐酸二钠和 5'-拉糖核酐酸钙	(173)
61、己二酸	(177)
62、柠檬酸及其盐类	(179)
63、葡萄糖酸及其化合物	(184)
64、琥珀酸及其盐类	(188)
65、DL-酒石酸,L-酒石酸及其盐类	(192)
66、乳酸及其盐类	(194)
67、冰醋酸和醋酸钠	(199)
68、富马酸和富马酸一钠	(201)
69、DL-苹果酸和 DL-苹果酸钠	(204)
第 12 章 乳化剂	(205)
70、甘油脂肪酸酯	(207)
71、蔗糖脂肪酸酯	(210)
72、硬脂酰乳酸钙	(213)
73、山梨糖醇酐脂肪酸酯	(216)
74、丙二醇脂肪酸酯	(219)
第 13 章 消泡剂	(221)
75、硅酮树脂	(223)
第 14 章 膨胀剂	(227)
76、氨及其盐类	(229)
77、明矾类	(232)
第 15 章 小麦粉改良剂等	(235)
78、过氧化二苯甲酰(过氧化苯甲酰)过硫酸铵(参照 76、氨及其盐类)	(236)
79、溴酸钾	(241)
第 16 章 口香糖基础剂	(245)
80、口香糖基础剂	(247)
第 17 章 被膜剂	(253)
81、油酸钠	(255)
第 18 章 杀虫剂	(257)
82、胡椒基丁醚	(259)
第 19 章 强化剂	(261)
83、L-异亮氨酸	(263)
84、DL-色氨酸和 L-色氨酸	(265)
85、DL-苏氨酸和 L-苏氨酸	(267)

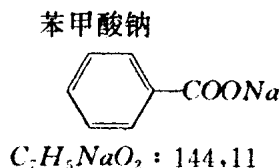
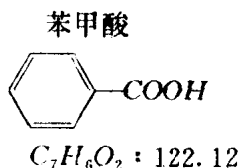
86、L-缬氨酸	(268)
87、L-组氨酸盐酸盐	(269)
88、L-苯基丙氨酸	(271)
89、DL-蛋氨酸和 L-蛋氨酸	(273)
90、L-赖氨酸-L-天门冬氨酸盐和 L-赖氨酸-L-谷氨酸盐	(275)
91、L-赖氨酸盐酸盐	(277)
92、L-抗坏血酸及其化合物	(279)
93、麦角钙化醇和胆钙化醇	(286)
94、硫胺素盐类	(289)
95、硫胺素衍生物	(295)
96、烟酸和烟酰胺	(299)
97、泛酸钙和泛酸钠	(301)
98、维生素 A 和维生素 A 脂肪酸酯	(307)
99、吡哆醇盐酸盐	(315)
100、叶酸.....	(318)
101、核素及其衍生物.....	(322)
102、锌盐类.....	(326)
103、钙盐类.....	(328)
104、铁化合物.....	(332)
105、铜盐类.....	(335)
第 20 章 制造用剂等	(337)
106、丙酮	
氨(参照 76. 氨及其盐类).....	(339)
107、甘油.....	(341)
108、草酸.....	(343)
109、甲醇钠.....	(346)
110、二氧化硅.....	(349)
111、二氧化碳.....	(351)
112、丙二醇.....	(354)
113、己烷.....	(357)
114、镁盐类.....	(359)
115、D-甘露糖醇	(361)
116、液体石蜡.....	(363)
117、磷酸及其盐类.....	(365)
118、焦磷酸盐类.....	(369)
119、聚磷酸盐类.....	(371)
120、偏磷酸盐类.....	(372)

第 1 章

防腐剂

1. 苯甲酸和苯甲酸钠

Benzoic Acid and Sodium Benzoate



1 方法提要

食品中的苯甲酸和苯甲酸钠,经直接抽提法或水蒸气蒸馏法抽提精制后,采用气相色谱法对苯甲酸进行定量。^[1]必要时乘以分子量比求得苯甲酸钠的量。食品中含有天然的苯甲酸,因此,其定量值是食品中原有的苯甲酸和添加的苯甲酸二者的合计值。

2 分析方法(气相色谱法)

2.1 检样的抽取和试样的制备

按一般试样方法

2.2 试样溶液的制备

2.2.1 直接抽提法^[2]

准确称取试样^[3]约 10g,放入匀质器用杯中,加入饱和食盐水 1~10mL^[4]加硫酸(1→10)作成强酸性^[5],加乙醚 75mL,外层用冰水冷却,进行匀质^[6]约 2~3min,然后分取乙醚层,用刮勺将附着于杯壁上的试样落到杯底,每水层加乙醚 50mL,同样操作重复两次,把全部乙醚层合并于分液漏斗中,加饱和食盐水 30mL,轻轻振荡混和后,弃去水层,在乙醚层中加碳酸氢钠溶液(1→100)50mL 振荡混和,水层移入另外的分液漏斗中,再加碳酸氢钠溶液(1→100)50mL,反复同样操作,将水层合并于先前的分液漏斗中。

其次水层用硫酸(1→10)制成酸性,加入氯化钠饱和溶液,加入乙醚 50mL,猛烈振荡混和,把水层移入另外的分液漏斗中,每水层中加乙醚 50mL,同样操作反复两次。

合并整个乙醚层,加无水硫酸钠脱水,过滤至作为接收器的浓缩器^[7]用少量乙醚冲洗容器及残留物,洗液合并于滤液中,在 40°水浴上达到不乾固的程度进行减压浓缩。用丙酮使全量定容 5mL,作为试样溶液。

2.2.2 水蒸气蒸馏法^[8]

把试样^[3]切细或研碎后,准确称量约 50g,放入量瓶中加水 100mL 搅拌混和,用氢氧化钠溶液(1→10)或硫酸(1→10)中和,用石蕊试纸测定,将此溶液移入 500~1000mL 的园底烧瓶中,加酒石酸溶液(15→100)^[9]5mL,食盐约 80g 及硅有机树脂 1 滴后,用水使全量定容约 200mL。每 min 约 10mL 的馏出速度给予水蒸气蒸馏,^[10]收集馏液 500mL,取馏液的 50mL^[12]放入分液漏斗中,加硫酸(1→10)1mL,食盐 10g,用乙醚 40mL,30mL 及 30mL 抽提三次,合并全部乙醚抽提液,加饱和食盐水 30mL,轻轻振荡混和后,分离提出水层,在乙