

# 最新食品添加剂标准汇集(94 年)

本手册限情报网内部  
参考,不作销售。

西南经济技术信息研究所  
中国·成都

# 目 录

## 一、国家标准

1. GB1886—92	食品添加剂 碳酸钙(代替 GB1886—83,GB8920—88) .....	(1)
2. GB1889—92	食品添加剂 磷酸氢钙(代替 1889—80) .....	(11)
3. GB1894—92	食品添加剂 无水亚硫酸钠(代替 1894—80) .....	(17)
4. GB1907—92	食品添加剂 亚硝酸钠(代替 GB1907—84) .....	(21)
5. GB2760—86	食品添加剂使用卫生标准(93 年版) .....	(28)
6. GB3149—92	食品添加剂 磷酸(代替 GB3149—82) .....	(67)
7. GB4349—93	食品添加剂 丁酸乙酯(代替 GB4349—84) .....	(75)
8. GB13481—92	食品添加剂 山梨醇酐单硬脂酸脂(斯潘 60) .....	(78)
9. GB13482—92	食品添加剂 山梨醇酐单油酸脂(斯潘 80) .....	(85)
10. GB13509—92	食品添加剂 木糖醇 .....	(93)
11. GB13510—92	食品添加剂 三聚甘油单硬脂酸脂 .....	(98)
12. GB13736—92	食品添加剂 山梨酸钾 .....	(103)
13. GB13737—92	食品添加剂 L—苹果酸 .....	(109)
14. GB13886—92	食品添加剂 黄原胶 .....	(114)
15. GB/T14156—92	食品用香料分类与编码 .....	(117)

## 二、轻工标准

16. QB1034—91	食品添加剂 三聚磷酸钠 .....	(190)
17. QB1035,1—91	食品添加剂 三聚磷酸钠 重金属(以铅计)含量的测定 .....	(193)
18. QB1035,2—91	食品添加剂 三聚磷酸钠 砷含量的测定 .....	(195)
19. QB1035,3—91	食品添加剂 三聚磷酸钠 氟化物含量的测定 .....	(200)
20. QB1035,4—91	食品添加剂 三聚磷酸钠 磷酸盐含量的测定 重量法 .....	(202)
21. QB1036—91	工业用三聚磷酸钠(包括食品工业用)氯化物含量的测定 电位滴定法 .....	(204)
22. QB1119—91	食品添加剂 环己基丙酸烯丙脂 .....	(209)
23. QB1120—91	食品添加剂 八角茴香油 .....	(212)
24. QB1121—91	食品添加剂 r—壬内脂 .....	(214)
25. QB1122—91	食品添加剂 山楂核烟薰香味料 I 号、II 号 .....	(217)
26. QB1227—91	食品添加剂 天然苋菜红 .....	(223)
27. QB1228—91	食品添加剂 红米红 .....	(228)

28. QB1229—91	食品添加剂 羟丙基淀粉醚	(232)
29. QB1412—91	食品添加剂 焦糖色素(亚硫酸铵法)	(237)
30. QB1413—91	食品添加剂 生物碳酸钙	(241)
31. QB1414—91	食品添加剂 天然 $\beta$ -胡萝卜素	(247)
32. QB1415—91	食品添加剂 姜黄色素	(254)
33. QB1502—92	食品添加剂 果胶酶制剂	(258)
34. QB1581—92	食品添加剂 异麦芽酮糖	(266)
35. QB1613—92	食品添加剂 $\beta$ -环状糊精	(271)
36. QB1505—92	食品用香精	(276)
37. QB1506—92	烟用香精	(281)
38. QB1507—92	日化用香精	(285)

# 中华人民共和国国家标准

GB 1886—92

## 食品添加剂 碳酸钠

代替 GB 1886—83  
GB 8920—88

Food additive Sodium carbonate

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了食品添加剂碳酸钠的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以工业盐为原料,由氨碱法和联碱法制得的食品添加剂碳酸钠。

分子式:  $\text{Na}_2\text{CO}_3$

相对分子质量: 105.99(按 1989 年国际相对原子质量)

### 2 引用标准

- GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB 3049 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲啰啉分光光度法
- GB 3050 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法
- GB 3051 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 梅量法
- GB 4456 包装用聚乙烯吹塑薄膜
- GB 4857.3 运输包装件基本试验 堆码试验方法
- GB 4857.5 运输包装件基本试验 垂直冲击跌落试验方法
- GB 6678 化工产品采样总则
- GB 6682 实验室用水规格
- GB 8450 食品添加剂中砷的测定方法 砷斑法
- GB 8946 塑料编织袋
- GB 8947 复合塑料编织袋

### 3 技术要求

- 3.1 外观:白色粉状结晶。
- 3.2 食品添加剂碳酸钠应符合下表要求。

项 目		指 标
总碱量(以 $\text{Na}_2\text{CO}_3$ 计), %	≥	99.2
氯化物(以 $\text{NaCl}$ 计)含量, %	≤	0.70
铁(以 Fe 计)含量, %	≤	0.004 0
重金属(以 Pb 计)含量, %	≤	0.001
砷(以 As 计)含量, %	≤	0.000 2
烧失量 <sup>①</sup> , %	≤	0.80
水不溶物含量, %	≤	0.040

注: ① 为包装时检验结果。

#### 4 试验方法

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 6682 中规定的三级水。

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 601、GB 602、GB 603 之规定制备。

##### 4.1 鉴别

###### 4.1.1 试剂和材料

4.1.1.1 盐酸(GB 622);

4.1.1.2 硫酸镁(GB 671):120 g/L 溶液;

4.1.1.3 氧化钙(GB 1262):室温下饱和溶液。

称取约 3 g 氧化钙,精确至 0.1 g,置于试剂瓶中,加入 1 000 mL 水,盖上瓶塞,用力振摇后,放置澄清。使用时取上层清液。

###### 4.1.2 鉴别方法

###### 4.1.2.1 试验溶液的制备

称取 20 g 试样,精确至 0.1 g,置于烧杯中,加入 100 mL 水并使其溶解。

4.1.2.2 用盐酸润湿铂丝环,在火焰上燃烧至无色,再蘸取少许试验溶液在火焰上燃烧,火焰即呈鲜黄色。

4.1.2.3 在试验溶液中滴加盐酸时放出二氧化碳气,通入氧化钙饱和溶液中即呈白色混浊液。

4.1.2.4 在试验溶液中滴加硫酸镁溶液,即生成白色沉淀。

##### 4.2 总碱量的测定

###### 4.2.1 方法提要

以溴甲酚绿-甲基红为指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定。

###### 4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 盐酸(GB 622): $c(\text{HCl})$ 约为 1 mol/L 标准滴定溶液;

4.2.2.2 溴甲酚绿(HG 3—1220)-甲基红(HG 3—958)混合指示液。

将溴甲酚绿乙醇溶液(1 g/L)与甲基红乙醇溶液(2 g/L)按 3+1 体积比混合,摇匀。

###### 4.2.3 仪器、设备

一般实验室用仪器和

4.2.3.1 称量瓶: $\phi 30 \text{ mm} \times 25 \text{ mm}$  或瓷坩埚,容量 30 mL;

4.2.3.2 电烘箱或高温炉;能控制在 250~270 C。

#### 4.2.4 分析步骤

在预先于 250~270°C 下恒重的称量瓶或瓷坩埚中称取 1.7 g 试样，精确到 0.000 2 g，置于电烘箱或高温炉内，在 250~270°C 下加热至恒重。将试料倒入锥形瓶中，再准确称量称量瓶或瓷坩埚质量。用 50 mL 水溶解试料，加 10 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示液，用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色，煮沸 2 min，冷却后继续滴定至暗红色为终点。

#### 4.2.5 分析结果的表述

总碱量(以  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  计)质量百分数  $x_1$  按式(1)计算：

$$x_1 = \frac{c \cdot V \times 0.053\ 00}{m} \times 100 = \frac{5.300c \cdot V}{m} \quad (1)$$

式中： $c$  —— 盐酸标准滴定溶液的实际浓度， $\text{mol/L}$ ；

$V$  —— 滴定所消耗盐酸标准滴定溶液的体积， $\text{mL}$ ；

$m$  —— 试料质量， $\text{g}$ ；

0.053 00 —— 与 1.00 mL 盐酸标准滴定溶液( $c(\text{HCl}) = 1.000 \text{ mol/L}$ )相当的以克表示的碳酸钠的质量。

所得结果应表示至一位小数。

#### 4.2.6 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.2%，取其算术平均值为测定结果。

### 4.3 氯化物含量的测定

#### 4.3.1 电位滴定法

##### 4.3.1.1 方法提要

见 GB 3050 第 2 章。

##### 4.3.1.2 试剂和材料

4.3.1.2.1 硝酸(GB 626): 1+1 溶液；

4.3.1.2.2 硝酸钾(GB 647): 室温下饱和溶液；

4.3.1.2.3 溴酚蓝(HG 3—1224): 1 g/L 乙醇溶液；

4.3.1.2.4 氯化钠(基准试剂)(GB 1253):  $c(\text{NaCl}) = 0.05 \text{ mol/L}$  标准滴定溶液

称取 2.922 5 g 预先在 500~600°C 下烘至恒重的氯化钠，精确到 0.000 2 g，置于烧杯中，加水溶解后全部移入 1 000 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。

##### 4.3.1.2.5 硝酸银(GB 670): $c(\text{AgNO}_3)$ 约为 $0.05 \text{ mol/L}$ 标准滴定溶液

称取 8.75 g 硝酸银，精确到 0.01 g，溶于 1 000 mL 水中，摇匀。保存于棕色瓶中。

用移液管移取 5 mL 氯化钠标准滴定溶液，置于 100 mL 烧杯中，加 40 mL 水，放入电磁搅拌子，将烧杯置于电磁搅拌器上，开动搅拌器，加入 2 滴溴酚蓝指示液，滴加硝酸溶液至恰呈黄色。把测量电极和参比电极插入溶液中，连接电位计接线，调整电位计零点，记录起始电位值。用硝酸银标准滴定溶液滴定，先加入 4.00 mL，再逐次加入 0.10 mL。记录每次加入硝酸银标准滴定溶液后的总体积和对应的电位值  $E$ ，计算出连续增加的电位值  $\Delta E_1$  和  $\Delta E_1$  之差  $\Delta E_2$ 。 $\Delta E_1$  的最大值即为滴定终点，终点后再继续记录一个电位值  $E$ 。

记录格式见 GB 3050 附录 C(参考件)。

滴定至终点所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积按式(2)计算：

$$V = V_0 + \frac{b}{B} V_1 \quad (2)$$



称取2 g 试样,精确到0.01 g,置于锥形瓶中,加40 mL 水溶解,加2滴溴酚蓝指示液,滴加硝酸溶液(1+1溶液)中和至黄色,再滴加氢氧化钠溶液至呈蓝色,再用硝酸溶液(1+7溶液)调至恰呈黄色并过量2~3滴,加入1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液,用硝酸汞标准滴定溶液滴定至由黄色变为紫色为终点。

同时进行空白试验。

保存滴定后的废液,按 GB 3051附录 D 处理。

#### 4.3.2.5 分析结果的表述

氯化物(以 NaCl 计)质量百分含量  $x_3$  按式(5)计算:

$$x_3 = \frac{c \cdot (V - V_0) \times 0.058\ 44}{m(1 - x_5)} \times 100 = \frac{5.844c \cdot (V - V_0)}{m(1 - x_5)} \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:  $c$  — 硝酸汞标准滴定溶液实际浓度, mol/L;

$V$  — 滴定所消耗硝酸汞标准滴定溶液体积, mL;

$V_0$  — 空白试验滴定所消耗硝酸汞标准滴定溶液体积, mL;

$x_5$  — 由第4.7条所测得烧失量的百分含量;

$m$  — 试料质量, g;

0.058 44 — 与1.00 mL 硝酸汞标准滴定溶液( $c [\frac{1}{2}Hg(NO_3)_2 \cdot H_2O] = 1.000 mol/L$ )相当的以克表示的氯化钠的质量。

所得结果应表示至二位小数。

#### 4.3.2.6 允许差

两次平行测定结果之差不大于0.02%, 取其算术平均值为测定结果。

### 4.4 铁含量的测定

#### 4.4.1 方法提要

见 GB 3049第2章。

#### 4.4.2 试剂和材料

见 GB 3049第3章。

#### 4.4.2.1 盐酸(GB 622):1+1和1+3溶液;

#### 4.4.2.2 氨水(GB 631):2+3和1+8溶液。

#### 4.4.3 仪器、设备

见 GB 3049第4章。

#### 4.4.4 分析步骤

##### 4.4.4.1 试验溶液的制备

称取10 g 试样,精确到0.01 g,置于烧杯中,加少量水润湿,盖上表面皿,滴加35 mL 盐酸溶液(1+1溶液),煮沸3~5 min,冷却(必要时过滤),全部移入250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

##### 4.4.4.2 试验空白溶液的制备

量取7 mL 盐酸溶液(1+1溶液),置于100 mL 烧杯中,滴加氨水溶液(2+3溶液)中和至中性(用精密 pH 试纸检验)。

##### 4.4.4.3 工作曲线的绘制

见 GB 3049第5章。

选取3 cm 吸收池和相应的铁标准溶液体积。

##### 4.4.4.4 测定

用移液管移取50 mL 试验溶液,置于100 mL 容量瓶中。与试验空白溶液同时同样,用氨水溶液(1+8溶液)或盐酸溶液(1+3溶液)调节至pH 约为2(用精密 pH 试纸检验)。分别全部移入100 mL 容量瓶

中。以下操作按 GB 3049第5章进行吸光度的测定。

从试验溶液吸光度中减去试验空白溶液吸光度,由工作曲线上查出试验溶液中铁质量。

#### 4.4.5 分析结果的表示

铁(Fe)质量百分含量  $x_1$  按式(6)计算:

式中： $m_1$  ——由工作曲线上查得的试验溶液中的铁质量，mg；

*m* —— 移取试验溶液中所含试料的质量, g。

所得结果应表示至四位小数。

#### 4.4.6 允许差

两次平行测定结果之差不大于0.0005%，取其算术平均值为测定结果。

#### 4.5 重金属含量的测定

#### 4.5.1 方法提要

在弱酸性( $\text{pH}3\sim4$ )条件下,试样中的重金属离子与硫化氢作用,生成棕黑色,与同法处理的铅标准溶液比较。

#### 4.5.2 试剂和材料

- 4.5.2.1 盐酸(GB 622):1+4溶液;
  - 4.5.2.2 银水(GB 631):1+2溶液;
  - 4.5.2.3 冰乙酸(GB 676):1+15溶液;
  - 4.5.2.4 饱和硫化氢水:临用时配制;
  - 4.5.2.5 铅标准溶液:0.010 mgPb/mL。临用时配制;

用移液管移取10 mL 按 GB 602配制的铅标准溶液,置于100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

- 4.5.2.6 酚酞(GB 10729):10 g/L 指示液。

#### 4.5.3 分析步骤

称取2 g 试样, 精确到0.01 g, 置于100 mL 烧杯中, 加5 mL 水, 盖上表面皿, 由杯口缓慢加入17 mL 盐酸溶液, 煮沸5 min, 冷却后加入1滴酚酞指示液, 用氨水溶液中和至淡红色。全部移入50 mL 比色管中, 加2 mL 乙酸溶液、10 mL 饱和硫化氢水, 加水至刻度, 摆匀。在暗处放置10 min 后和标准比较, 不得深于标准。

标准是用移液管移取2 mL 铅标准溶液，置于100 mL 烧杯中。以下操作从“加5 mL 水”开始和试验溶液同时同样进行。

#### 4.6 砷含量的测定——砷斑法

#### 4.6.1 方法提要

见 GB 8450第2.1条。

#### 4.6.2 试剂和材料

- 4.6.2.1 盐酸(GB 622);  
 4.6.2.2 碘化钾(GB 1272);  
 4.6.2.3 无砷锌粒(GB 2304);  
 4.6.2.4 氯化亚锡(GB 638):400 g/L 溶液。

称取约40 g 氯化亚锡( $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )，精确到0.1 g，置于烧杯中，加40 mL 盐酸使其溶解，用水稀释至100 mL。

- #### 4.6.2.5 乙酸铅(HG 3—974)棉花;



碳酸钠溶液并煮沸20 min,用布氏漏斗过滤并用水洗至中性(用酚酞溶液检验),取出置于烧杯中加水调或糊状。

4.8.2.4 酚酞(GB 10729);10 g/L 乙醇溶液。

#### 4.8.3 仪器、设备

### 一般实验室用仪器和

#### 4.8.3.1 古氏坩埚;容量30 mL;

4.8.3.2 电烘箱:能控制在 $110 \pm 5$ ℃。

#### 4.8.4 分析步骤

将古氏坩埚置于抽滤瓶上，在筛板上下均匀铺一层酸洗石棉，各层厚约3 mm，抽滤，用 $50 \pm 5$ ℃水洗至滤液中无酸洗石棉纤维，将古氏坩埚置于电烘箱中，于 $110 \pm 5$ ℃下干燥后称量。重复此操作直至恒重。

称取约40 g 试样,精确到0.01 g,置于烧杯中,加入400 mL 约40℃的水使溶解,保持溶液在50±5℃。用已恒重的古氏坩埚过滤,用50±5℃水洗涤,直至取20 mL 滤液加2滴酚酞后不显红色为止。取下古氏坩埚置于110±5℃电烘箱中干燥至恒重。

#### 4.8.5 分析结果的表述

水不溶物质量百分含量  $x_5$  按式(8)计算:

式中:  $m_1$  ——水不溶物质量, g;

$m$  —— 试料质量, g。

所得结果应表示至三位小数。

#### 4.8.6 允许差

两次平行测定结果之差不大于0.006%，取其算术平均值为测定结果。

## 5 检验规则

5.1 食品添加剂碳酸钠应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准的规定对产品质量进行检验。生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。

每批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书,其内容包括:生产厂名称、产品名称、生产日期、批号、净重、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的食品添加剂碳酸钠进行验收。

### 5.3 每天产量为一批

#### 5.4 按GB 6678第6.6条规定确定采样单元数

取样时将取样器插入包装袋的四分之三处采样。将取出的样品混匀，用四分法缩分至不少于500 g，置于两个清洁、干燥的具塞广口瓶中。瓶上粘贴标签，注明产品名称、生产厂名称、批号、采样日期和采样者姓名，一瓶供检验用，另一瓶保存三个月备查。

5.5 如检验结果中有一项指标不符合本标准的要求时,则应重新自两倍量的采样袋数的包装袋中取样检验。核验结果如仍有一项指标不符合本标准要求,则整批产品不能验收。

5.6 当供需双方对产品质量发生异议时,按《全国产品质量仲裁检验暂行办法》之规定办理。

## 6 标志、包装、运输、贮存

## 6.1 包装材料

### 6.1.1 材料

采用内衬聚乙烯吹塑薄膜袋(C型)、外套塑料编织袋(C型)双层包装;或者采用复合塑料编织袋(C型)单层包装。

### 6.1.2 性能和检验

每批包装材料都应抽样检验,其性能和检验方法应分别符合GB 4456C型、GB 8946C型或GB 8947C型的规定。

## 6.2 包装件

### 6.2.1 质量

6.2.1.1 每件净重40 kg或50 kg。

6.2.1.2 允许偏差:随机抽取10件称量时,平均偏差为±0.2 kg;随机抽取1件称量时,偏差不大于±0.3 kg。

### 6.2.2 封口

内袋用人工扎口,或用与其相当的其他方式封口;外袋在距袋边约30 mm处折边,在距袋边约15 mm处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口,针距7~12 mm,缝线整齐,针距均匀,无漏缝和跳线现象。缝口线头尾应在包装件外留足50 mm。

### 6.2.3 检验

#### 6.2.3.1 采样量

每批出厂的包装件应按1%的比例,最少不得少于10件随机抽样检验。

#### 6.2.3.2 检验项目

##### 6.2.3.2.1 包装质量

净重必须符合6.2.1条的规定。

##### 6.2.3.2.2 封口

封口应符合6.2.2条的规定。

##### 6.2.3.2.3 跌落试验

按照GB 4857.5之规定,取三个包装件,分别对袋的平面、侧面和端部三个方向进行坠落,其结果应无破损,缝线应完好。

##### 6.2.3.2.4 堆码试验

按照GB 4857.3之规定进行堆码试验,其结果应为:在规定时间内无任何堆码不稳的现象。

## 6.3 标志

包装件上应涂有牢固明显的标志,内容包括:产品名称、商标、标准号、生产厂名称、生产日期、净重、防止日晒雨淋和食品添加剂字样的标志。

## 6.4 贮存和运输

6.4.1 运输中应有遮盖物,防止日晒雨淋,运输工具应清洁干燥。

6.4.2 仓库地面应干燥,并能防止日晒雨淋。

6.4.3 防止与酸混贮混运,防止与有毒有味的物质混贮混运。

6.4.4 有条件的单位应采用集装网和集装托盘装卸和运输。

6.4.5 食品添加剂轻质碳酸钠的包装材料、包装件以及贮存和运输都应符合《中华人民共和国食品卫生法》的有关规定。

附录 A  
(参考件)

有条件的单位可采用集装袋包装或散装, 包装材料和包装件质量等由供需双方协商确定。

---

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化工部天津化工研究院、卫生部食品卫生监督检验所归口。

本标准由化工部天津化工研究院、天津碱厂负责起草。

本标准主要起草人陈梅英、赵端品、徐连滨、宋耘。

本标准参照采用日本食品添加物公定书第五版(1986年)碳酸钠标准。

# 中华人民共和国国家标准

GB 1889-92

## 食品添加剂 磷酸氢钙

代替 GB 1889-80

Food additive Calcium monohydrogen phosphate

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了食品添加剂磷酸氢钙的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以氯化钙、磷酸、碳酸钠等反应生成的磷酸氢钙。该产品在食品加工中作为钙质的补充剂及疏松剂。

分子式:  $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量: 172.10(按1989年国际相对原子质量)

### 2 引用标准

- GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备方法
- GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB 6678 化工产品采样总则
- GB 6682 试验室用水规格
- GB 8450 食品添加剂中砷的测定方法

### 3 技术要求

3.1 外观:白色粉末。

3.2 食品添加剂磷酸氢钙应符合下列要求:

项 目	指 标
磷酸氢钙( $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )含量, %	98.0~103.0
灼烧残量, %	24.5~26.5
重金属(以 Pb 计)含量, %	0.001
砷(As)含量, %	0.000 2
氟化物(以 F 计)含量, %	0.005
盐酸不溶物含量, %	0.05

### 4 试验方法

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 6682 中规定的三级水。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明配制方法时,均按 GB 601、GB 602、

国家技术监督局 1992-11-03 批准

1993-06-01 实施

GB 603之规定制备。

#### 4.1 鉴别试验

##### 4.1.1 试剂和材料

4.1.1.1 硝酸银(GB 670):50 g/L 溶液;

4.1.1.2 冰乙酸(GB 676);

4.1.1.3 草酸铵(HG 3—976):30 g/L 溶液。

##### 4.1.2 鉴别方法

4.1.2.1 试样用硝酸银溶液湿润后即呈黄色。

4.1.2.2 0.1 g 试样,加5 mL 冰乙酸,煮沸冷却后过滤,滤液加5 mL 草酸铵溶液,产生白色沉淀。

#### 4.2 磷酸氢钙含量的测定

##### 4.2.1 方法提要

在试验溶液中,加入过量的乙二胺四乙酸二钠溶液,与钙络合,以酸性铬蓝 K-荼酚绿 B 为指示剂。用锌标准溶液滴定过量的乙二胺四乙酸二钠。

##### 4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 盐酸(GB 622):1+4溶液;

4.2.2.2 氨(GB 631)-氯化铵(GB 658)缓冲溶液,pH=10;

4.2.2.3 酸性铬蓝 K-荼酚绿 B 混合指示液(KB 指示液):称取0.3 g 酸性铬蓝 K 和0.1 g 荼酚绿 B,溶解于水中,稀释至100 mL;

4.2.2.4 铬黑 T:5 g/L 指示液;

4.2.2.5 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)(GB 1401):*c* (EDTA)约0.05 mol/L 标准滴定溶液;

4.2.2.6 硫酸锌(GB 666):*c* ( $ZnSO_4$ )约0.05 mol/L 标准滴定溶液。称取14 g 硫酸锌,溶于1 000 mL 水中,摇匀。

标定:量取35 mL 配制好的硫酸锌溶液,加70 mL 水及10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液,加5滴铬黑 T 指示液,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由紫红变为纯蓝色。同时做比对试验。

硫酸锌标准滴定溶液的浓度 *c* ( $ZnSO_4$ )按式(1)计算:

$$c(ZnSO_4) = \frac{(V_1 - V_2) \cdot c_1}{V} \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中:  $V_1$  ——滴定消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

$V_2$  ——比对试验消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

$c_1$  ——EDTA 标准滴定溶液的浓度, mol/L;

$V$  ——硫酸锌溶液的体积, mL。

##### 4.2.3 分析步骤

称取0.4 g 试样,精确至0.000 2 g,置于100 mL 烧杯中,加12 mL 盐酸溶解,移入250 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。用移液管移取25 mL 试验溶液置于300 mL 锥形瓶中,加25.00 mL EDTA 标准滴定溶液,加50 mL 水、10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液,放置5 min,加4滴 KB 指示液,用硫酸锌标准滴定溶液滴定至溶液由蓝变为紫色,30 s 紫色不褪即为终点。

同时做比对试验。

##### 4.2.4 分析结果的表述

磷酸氢钙( $CaHPO_4 \cdot 2H_2O$ )质量百分含量( $x_1$ )按式(2)计算:



#### 4.4.3 分析步骤

称取2 g 试样,精确至0.01 g,加5 mL 盐酸溶液,20 mL 水,加热溶解,冷却后滴加氨水至白色沉淀出现,再加少量盐酸至沉淀消失,移入50 mL 比色管中,加5 mL 乙酸盐缓冲溶液,混匀,加10 mL 饱和硫化氢水,并用水稀释至刻度,混匀,于暗处放置5 min,所呈颜色不得深于标准。

标准溶液是移取2.00 mL 铅标准溶液置于比色管中,加25 mL 水、从“加入5 mL 乙酸盐缓冲溶液”开始与试验溶液同时同样处理。

#### 4.5 砷含量的测定——砷斑法

按 GB 8450第2章进行测定。

#### 4.6 氟化物含量的测定

##### 4.6.1 方法提要

在高氯酸介质中,通过蒸汽蒸馏使氟自溶液中分离,在弱酸性条件下,氟与茜素氨基络合剂和硝酸镧的混合试剂形成蓝色络合物,将试验溶液的颜色与标准进行比较。

##### 4.6.2 试剂和材料

4.6.2.1 高氯酸(GB 623);

4.6.2.2 丙酮(GB 686);

4.6.2.3 硝酸银(GB 670):20 g/L 溶液;

4.6.2.4 氢氧化钠(GB 629):4 g/L 溶液;

4.6.2.5 氢氧化钠(GB 629):40 g/L 溶液;

4.6.2.6 盐酸(GB 622):1+100溶液;

4.6.2.7 硝酸镧:0.433 g/L 溶液。称取0.2165 g 硝酸镧,用少量1+16乙酸(GB 676)溶液溶解,加水至450 mL,用250 g/L 的乙酸钠(GB 693)溶液调节 pH 为5.0,用水稀释至500 mL,摇匀,于冰箱中保存,生霉后重新配制。

4.6.2.8 茜素氨基络合剂:0.385 g/L 溶液。称取0.1925 g 茜素氨基络合剂,加少量水,再加氢氧化钠溶液(4.6.2.5)使之溶解,加0.125 g 乙酸钠,用1+16乙酸溶液调节 pH 为5.0(此时溶液呈红色),用水稀释至500 mL,摇匀,于冰箱中保存,出现沉淀时应重新配制。

4.6.2.9 缓冲溶液:称取44 g 乙酸钠,溶于400 mL 水中,加22 mL 冰乙酸,在酸度计上用冰乙酸调节溶液的 pH 值为4.7,加水至500 mL,摇匀。

4.6.2.10 氟化物标准溶液:0.010 mgF/mL,临用时配制。

用移液管移取10 mL 按 GB 602配制的氟化物标准溶液,置予100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.6.2.11 酚酞(GB 10729):10 g/L 乙醇溶液。

##### 4.6.3 仪器、设备

4.6.3.1 酸度计:分度值为0.1pH 单位,配有玻璃电极和饱和甘汞电极;

4.6.3.2 三口烧瓶:250 mL。

##### 4.6.4 分析步骤

称取2.00 g 试样,精确至0.01 g,置于250 mL 三口烧瓶中(见测氟示意图),加10~20粒玻璃珠,慢慢加入10 mL 高氯酸,用约8 mL 水冲洗杯壁,加3~5滴硝酸银溶液,瓶塞上的温度计应密塞,并将水银球插入试验溶液中,连接好水蒸气发生器及直形冷凝器,将冷凝器末端接上玻璃弯管,并使其插入盛有10 mL 氢氧化钠溶液(4.6.2.4)和2滴酚酞指示液的250 mL 容量瓶中,水蒸气发生器中加500 mL 水,滴加氢氧化钠溶液(4.6.2.5)使呈碱性。打开螺丝夹,加热至近沸,关闭螺丝夹,水蒸气进入三口烧瓶中,三口烧瓶同时加热,并调节水蒸气进入量,使温度上升后保持在135~140 C 之间(如果容量瓶中溶液褪色,补加适量的氢氧化钠溶液(4.6.2.4)使呈碱性),直到馏出液体积为200 mL,停止蒸馏,摇匀。用氢氧化钠溶液(4.6.2.4)和盐酸溶液调节馏出液的 pH 为7.0,然后加2滴盐酸溶液,加水至刻度,摇匀。用移液