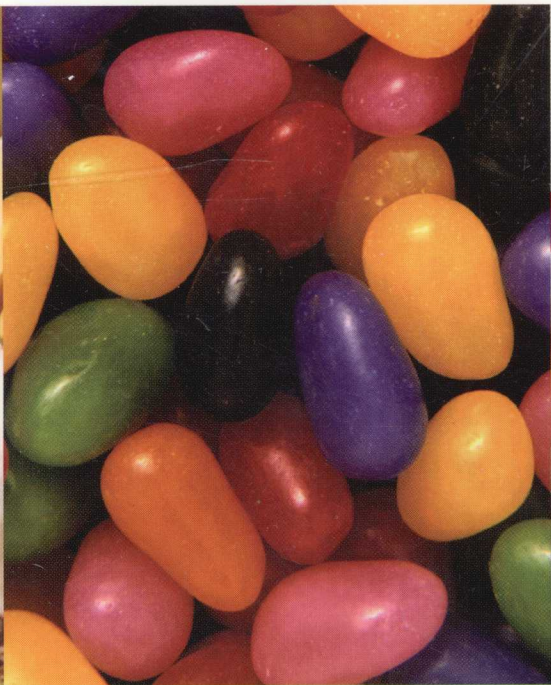


中国标准出版社第一编辑室 编

中国食品工业 标准汇编

食品添加剂卷（下）

（第四版）



 中国标准出版社

中国食品工业标准汇编

食品添加剂卷（下）

（第四版）

中国标准出版社第一编辑室 编

中国标准出版社

北京

图书在版编目 (CIP) 数据

中国食品工业标准汇编. 食品添加剂卷. 下/中国标准出版社第一编辑室编. —4 版. —北京: 中国标准出版社, 2009

ISBN 978-7-5066-5350-3

I. 中… II. 中… III. ①食品工业-标准-汇编-中国
②食品添加剂-标准-汇编-中国 IV. TS207.2

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2009) 第 109782 号

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码: 100045

网址 www.spc.net.cn

电话: 68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 43 字数 1 214 千字
2009 年 7 月第四版 2009 年 7 月第四次印刷

*

定价 220.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话: (010)68533533

编 者 的 话

《中国食品工业标准汇编》是我国食品标准化方面的一套大型丛书,按行业分类分别立卷,中国标准出版社陆续出版。本汇编为丛书的一卷。本汇编分上、中、下三册出版。

本汇编是在2005年出版的《中国食品工业标准汇编 食品添加剂卷(第三版)》的基础上进行修订的,保留了目前有效的标准,同时增加了2005年4月至2009年4月底发布的食品添加剂国家标准和行业标准。上册主要内容包括第一部分食品添加剂综合标准,第二部分食品添加剂产品标准(一~六);中册主要内容包括第二部分食品添加剂产品标准(七~十四);下册主要内容包括第二部分食品添加剂产品标准(十五~二十),第三部分食品添加剂试验方法标准,第四部分相关标准和卫生管理办法。本册收录食品添加剂国家标准81项,行业标准2项。

本汇编每个部分的标准按国家标准、行业标准依次编排,其中国家标准按标准编号由小到大编排,行业标准按字母顺序编排,相同行业的标准按标准编号由小到大编排。本汇编的第二部分(食品添加剂产品标准)按食品添加剂产品的主要功能进行分类,食品添加剂产品的其他功能请参见GB 2760—2007和相应产品标准。

本汇编在编辑过程中,将涉及的标准修改单附于相关标准后,GB/T 613—2007《化学试剂 比旋光本领(比旋光度)测定通用方法》第1号修改单经国家标准化管理委员会于2009年3月24日批准,自2009年7月1日起实施。

本汇编收集的标准的属性已在目录上标明,年号用四位数字表示。鉴于部分国家标准和行业标准是在标准清理整顿前出版的,现尚未修订,故正文部分仍保留原样,读者在使用这些标准时,其属性以本目录上标明的为准(标准正文“引用标准”中的标准的属性请读者注意查对)。国家标准转化为行业标准但尚未修订的,在目录中给出调整后的标准编号,标准正文未作改动。

本汇编可供食品生产、科研、销售单位的技术人员,各级食品监督、检验机构的人员,各管理部门的相关人员使用,也可供大专院校有关专业的师生参考使用。

本汇编由中国标准出版社第一编辑室选编。

编 者

2009年6月

目 录

第二部分 食品添加剂产品标准

十五、稳定剂和凝固剂

GB 1892—2007	食品添加剂	硫酸钙	3
GB 7657—2005	食品添加剂	葡萄糖酸- δ -内酯	13
GB 22214—2008	食品添加剂	氯化钙	19

十六、甜 味 剂

GB 4578—2008	食品添加剂	糖精钠	31
GB 7658—2005	食品添加剂	山梨糖醇液	37
GB 8270—1999	食品添加剂	甜菊糖甙	50
GB 12488—2008	食品添加剂	环己基氨基磺酸钠(甜蜜素)	57
GB 13509—2005	食品添加剂	木糖醇	67
GB 22367—2008	食品添加剂	天门冬酰苯丙氨酸甲酯(阿斯巴甜)	77

十七、增 稠 剂

GB 1904—2005	食品添加剂	羧甲基纤维素钠	87
GB 1975—1980	食品添加剂	琼胶	97
GB 1976—2008	食品添加剂	褐藻酸钠	101
GB 6783—1994	食品添加剂	明胶	112
GB 10616—2004	食品添加剂	藻酸丙二醇酯	125
GB 13886—2007	食品添加剂	黄原胶	133

十八、食品用香料

GB 3861—2008	食品添加剂	香兰素	143
GB 3862—2006	食品添加剂	天然薄荷脑	151
GB 4349—2006	食品添加剂	丁酸乙酯	157
GB 6772—2008	食品添加剂	冷磨柠檬油	163
GB 6776—2006	食品添加剂	乙酸异戊酯	171
GB 6779—2008	食品添加剂	茉莉浸膏	177
GB 6780—2008	食品添加剂	桂花浸膏	181
GB 8315—2008	食品添加剂	己酸乙酯	185
GB 8317—2006	食品添加剂	乳酸乙酯	193
GB 8318—2008	食品添加剂	生姜(精)油(蒸馏)	199

注：本汇编收集的标准的属性已在目录上标明(GB或GB/T, HG或HG/T), 年号用四位数字表示。鉴于部分国家标准和行业标准是在标准清理整顿前出版的, 现尚未修订, 故正文部分仍保留原样, 读者在使用这些标准时, 其属性以目录上标明的为准(标准正文“引用标准”中标准的属性请读者注意查对)。

GB 8319—2003	食品添加剂	亚洲薄荷素油	206
GB 10351—2008	食品添加剂	桉叶素含量 80% 的桉叶油	213
GB 10355—2006	食品添加剂	乳化香精	221
GB 11958—1989	食品添加剂	肉桂油	226
GB 11959—2008	食品添加剂	香叶(精)油	229
GB 11960—2008	食品添加剂	留兰香油	237
GB 12487—2004	食品添加剂	乙基麦芽酚	245
GB 23487—2009	食品添加剂	2-甲基-3-呋喃硫醇	251
GB 23488—2009	食品添加剂	2,3-丁二酮	257
GB 23489—2009	食品添加剂	大茴香脑(天然)	263
HG 2925—1989(1997)	食品添加剂	丙酸(原 GB 10615—1989)	270
HG 2926—1989(1997)	食品添加剂	正丁醇(原 GB 10618—1989)	274

十九、食品工业用加工助剂

GB 22216—2008	食品添加剂	过氧化氢	281
---------------	-------	------	-----

二十、其 他

GB 2513—2004	食品添加剂	高锰酸钾	295
GB 8816—1988	食品添加剂	异构化乳糖液	302
GB 10621—2006	食品添加剂	液体二氧化碳	305
GB/T 12494—1990	食品机械专用白油		320
GB 14758—1993	食品添加剂	咖啡因	322

第三部分 食品添加剂试验方法标准

GB/T 5009.28—2003	食品中糖精钠的测定	329
GB/T 5009.29—2003	食品中山梨酸、苯甲酸的测定	337
GB/T 5009.30—2003	食品中叔丁基羟基茴香醚(BHA)与 2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)的测定	347
GB/T 5009.32—2003	油脂中没食子酸丙酯(PG)的测定	357
GB/T 5009.33—2008	食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定	361
GB/T 5009.34—2003	食品中亚硫酸盐的测定	373
GB/T 5009.35—2003	食品中合成着色剂的测定	381
GB/T 5009.74—2003	食品添加剂中重金属限量试验	391
GB/T 5009.75—2003	食品添加剂中铅的测定	395
GB/T 5009.76—2003	食品添加剂中砷的测定	401
GB/T 14454.1—2008	香料 试样制备	409
GB/T 14454.2—2008	香料 香气评定法	413
GB/T 14454.4—2008	香料 折光指数的测定	421
GB/T 14454.5—2008	香料 旋光度的测定	427
GB/T 14454.6—2008	香料 蒸发后残留物含量的评估	433
GB/T 14454.7—2008	香料 冻点的测定	437
GB/T 14454.11—2008	香料 含酚量的测定	445
GB/T 14454.12—2008	香料 微量氯测定法	449

GB/T 14454.13—2008	香料	羰值和羰基化合物含量的测定	453
GB/T 14454.14—2008	香料	标准溶液、试液和指示液的制备	465
GB/T 14454.15—2008	黄樟油	黄樟素和异黄樟素含量的测定 填充柱气相色谱法	471
GB/T 14455.3—2008	香料	乙醇中溶解(混)度的评估	479
GB/T 14455.5—2008	香料	酸值或含酸量的测定	485
GB/T 14455.6—2008	香料	酯值或含酯量的测定	491
GB/T 14455.7—2008	香料	乙酰化后酯值的测定和游离醇与总醇含量的评估	497
GB/T 14457.3—2008	香料	熔点测定法	507

第四部分 相关标准和卫生管理办法

GB 190—1990	危险货物包装标志	513
GB/T 191—2008	包装储运图示标志	523
GB/T 601—2002	化学试剂 标准滴定溶液的制备	531
GB/T 602—2002	化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备	559
GB/T 603—2002	化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备	573
GB/T 613—2007	化学试剂 比旋光本领(比旋光度)测定通用方法	589
GB/T 613—2007	《化学试剂 比旋光本领(比旋光度)测定通用方法》第1号修改单	592
GB/T 617—2006	化学试剂 熔点范围测定通用方法	593
GB/T 6284—2006	化工产品中水分测定的通用方法 干燥减量法	599
GB/T 6678—2003	化工产品采样总则	605
GB/T 6679—2003	固体化工产品采样通则	623
GB/T 6680—2003	液体化工产品采样通则	643
GB/T 6682—2008	分析实验室用水规格和试验方法	657
GB/T 9728—2007	化学试剂 硫酸盐测定通用方法	667
GB/T 9729—2007	化学试剂 氯化物测定通用方法	671
	食品添加剂卫生管理办法	674
	索引(按标准编号顺序排列)	677

第二部分

食品添加剂产品标准

十五、稳定剂和凝固剂



中华人民共和国国家标准

GB 1892—2007
代替 GB 1892—1980



2007-10-29 发布

2008-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的第5章和第8章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准与美国食品化学品法典(FCC)第五版(2004)《食品添加剂 硫酸钙》(英文版)的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB 1892—1980《食品添加剂 硫酸钙》。

本标准与 GB 1892—1980 的主要差异如下:

- 要求中增加了分型,一型为无水硫酸钙;二型为二水硫酸钙(本版第5章,1980年版第1章);
- 要求中硫酸钙的质量分数指标由原来的95%提高到98%(本版第5章,1980年版第2章);
- 要求中增加了铅含量、硒含量、干燥减量指标(本版第5章,1980年版第2章);
- 鉴别方法中取消了钙盐鉴别方法2和硫酸盐鉴别方法2(本版6.3.3和6.3.4,1980年版第9章);
- 增设了铅含量的测定方法,删除了重金属含量的指标和试验方法(本版6.5,1980年版第11章);
- 试验方法中增加了硒及干燥减量的测定方法(本版6.8,6.9)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)和全国食品添加剂标准化技术委员会(SAC/TC 11)共同归口。

本标准主要起草单位:天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:刘幽若、武莉莉。

本标准所代替标准的历次版本发布情况:

- GB 1892—1980。

食品添加剂 硫酸钙

1 范围

本标准规定了食品添加剂硫酸钙的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于天然石膏除杂后制备的硫酸钙(又名石膏)。该产品可作稳定剂和凝固剂、增稠剂和酸度调节剂使用。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版本均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 191—2000 包装储运图示标志(eqv ISO 780:1997)

GB/T 5009.12—2003 食品中铅的测定方法

GB/T 5009.75—2003 食品添加剂中铅的测定

GB/T 5009.76—2003 食品添加剂中砷的测定

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

GB/T 8946 塑料编织袋

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用试剂及制品的制备

3 符号

分子式:CaSO₄

相对分子质量:136.14(按 2001 年国际相对原子质量)

分子式:CaSO₄·2H₂O

相对分子质量:172.14(按 2001 年国际相对原子质量)

4 性状

白色粉末。

5 要求

食品添加剂硫酸钙应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	指 标		
	无水硫酸钙(CaSO ₄)	二水硫酸钙(CaSO ₄ ·2H ₂ O)	
硫酸钙(CaSO ₄)质量分数(以干基计)/%	≥	98.0	98.0
铅(Pb)质量分数/%	≤	0.000 2	0.000 2

表 1 (续)

项 目		指 标	
		无水硫酸钙(CaSO ₄)	二水硫酸钙(CaSO ₄ ·2H ₂ O)
砷(As)质量分数/%	≤	0.000 2	0.000 2
氟化物(以 F 计)质量分数/%	≤	0.005	0.003
干燥减量质量分数/%		≤1.5	19.0~23.0
硒(Se)质量分数/%	≤	0.003	0.003

6 试验方法

6.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

6.2 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 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

6.3 鉴别试验

6.3.1 试剂

- 6.3.1.1 盐酸;
- 6.3.1.2 草酸铵;
- 6.3.1.3 冰乙酸;
- 6.3.1.4 硝酸;
- 6.3.1.5 氯化钡溶液:100 g/L;
- 6.3.1.6 乙酸铅溶液:100 g/L,滴加冰乙酸使溶液澄清;
- 6.3.1.7 乙酸铵溶液:100 g/L;
- 6.3.1.8 氨水溶液:2+3。

6.3.2 性状鉴别方法

称取约 2 g 试样,于 140℃±2℃ 烘 20 min,加 1.5 mL 水搅拌,放置 5 min,呈黏糊状固体。

6.3.3 钙盐鉴别方法

称取 0.2 g 试样,加 10 mL 盐酸,加热溶解,取此溶液作为试样溶液 A(用作钙盐和硫酸盐的鉴别方法)。取适量试样溶液 A 加氨水调节至碱性,加草酸铵溶液即发生白色沉淀,此沉淀在盐酸中溶解,但在乙酸中不溶解。

6.3.4 硫酸盐鉴别方法

取试样溶液 A,加氯化钡溶液即发生白色沉淀,在盐酸或硝酸中均不溶解。

6.4 硫酸钙含量的测定

6.4.1 方法提要

用三乙醇胺掩蔽少量的三价铁、三价铝和二价锰等离子,在 pH 值为 12.5 时,以钙试剂为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准溶液滴定钙离子。

6.4.2 试剂

- 6.4.2.1 盐酸溶液:2+3;
- 6.4.2.2 甲基红指示液:体积分数为 0.1%乙醇溶液;

6.4.2.3 氢氧化钾溶液:100 g/L;

6.4.2.4 三乙醇胺溶液:化学纯,2+3;

6.4.2.5 钙试剂:称取10 g于105℃~108℃下烘干2 h的氯化钠,于研钵中研细,再称取0.1 g钙羧酸试剂在同一研钵中与氯化钠混匀,贮于带盖棕色瓶中。置于硅胶干燥器保存。

6.4.2.6 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})\approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

6.4.3 分析步骤

称取约0.1 g预先在250℃干燥至质量恒定的试样,精确至0.000 2 g,置于300 mL锥形瓶中,加4 mL盐酸溶液,加20 mL水,加热溶解。加1滴甲基红指示液,滴加氢氧化钾溶液至溶液显橙红色,并过量5 mL。加10 mL三乙醇胺溶液和少量钙试剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液由酒红色变为纯蓝色。

6.4.4 结果计算

硫酸钙含量以硫酸钙(CaSO_4)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{c \cdot V \cdot M \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

M ——硫酸钙(CaSO_4)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=136.1$)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果;两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

6.5 铅含量的测定

6.5.1 双硫脲分光光度法(仲裁法)

6.5.1.1 警示:本章中所使用的部分溶液和试剂对人体有害,应避免吸入或与皮肤接触,使用溶液或试剂的操作应在通风橱中进行。

6.5.1.2 方法提要

试样经处理加入柠檬酸铵、氰化钾和盐酸羟胺等,消除铁、铜、锌等离子干扰,在pH值为8.5~9.0时,铅离子与双硫脲生成红色络合物,用三氯甲烷提取。

6.5.1.3 分析步骤

称取 $2.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,置于锥形瓶中,用水润湿。然后按照GB/T 5009.75—2003的6.2进行操作。

6.5.2 原子吸收法

6.5.2.1 方法提要

样品经溶解,导入原子吸收分光光度计中,原子化后测量其在283.3 nm处的吸光度。

6.5.2.2 试剂

6.5.2.2.1 盐酸溶液:1+1;

6.5.2.2.2 铅标准溶液:1 mL溶液含铅(Pb)0.010 mg;

准确吸取1 mL按HG/T 3696.2配制的铅标准溶液,移入100 mL容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。该溶液使用前制备。

6.5.2.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计。

6.5.2.4 分析步骤

6.5.2.4.1 试样溶液的制备

称取 $3.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 样品置于150 mL烧杯中,用水润湿,滴加盐酸溶液至溶解,加热沸腾,冷却。同时制备空白溶液。

6.5.2.4.2 萃取分离

将试样溶液和空白溶液,分别置于 125 mL 分液漏斗中,补加水至 60 mL,以下操作按 GB/T 5009.12—2003 中 17.2 萃取分离“加 2 mL 柠檬酸铵溶液……,以下操作与试样相同”进行。制得试样萃取液、空白萃取液和铅标准萃取液。

6.5.2.4.3 测定

按 GB/T 5009.12—2003 中 17.3.2 和 17.3.3 进行操作。以铅标准萃取液中铅质量为横坐标,吸收值为纵坐标,绘制工作曲线。

6.5.2.4.4 结果计算

铅(Pb)含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_2)/10^6}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出试样萃取液中铅的质量的数值,单位为微克(μg);

m_2 ——从工作曲线上查出空白萃取液中铅的质量的数值,单位为微克(μg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对值不大于 0.000 05%。

6.6 砷含量的测定

称取 1.00 g \pm 0.01 g 试样,置于锥形瓶中,用水润湿,加 10 mL 盐酸加热溶解,冷却。用移液管移取 2 mL 砷标准溶液置于另一只锥形瓶中,加入 5 mL 盐酸。然后按照 GB/T 5009.76—2003 的第二章砷斑法中的 11 条进行操作。

6.7 氟化物含量的测定

6.7.1 方法提要

在高氯酸介质中,通过蒸汽蒸馏使氟自试样中分离,氟与茜素氨羧络合剂和硝酸镧的混合剂形成蓝色络合物,将试液的颜色与标准比对溶液进行比较。

6.7.2 试剂

6.7.2.1 高氯酸;

6.7.2.2 硝酸银溶液:17 g/L;

6.7.2.3 冰乙酸溶液:1+16;

6.7.2.4 乙酸钠溶液:250 g/L;

6.7.2.5 酚酞指示液:10 g/L;

6.7.2.6 丙酮;

6.7.2.7 玻璃珠;

6.7.2.8 氢氧化钠溶液:40 g/L;

6.7.2.9 盐酸溶液:1+10;

6.7.2.10 茜素氨羧络合剂

称取 0.192 5 g 茜素氨羧络合剂,加少量的水及氢氧化钠溶液溶解。加 0.125 g 乙酸钠,用冰乙酸溶液调至溶液 pH 值为 5.0(此时溶液呈红色),用水稀释至 500 mL 摇匀,于冰箱中保存。当出现沉淀时,应重新制备。

6.7.2.11 硝酸镧溶液

称取 0.216 5 g 硝酸镧,用少量冰乙酸溶液溶解,加水至 450 mL,用乙酸钠溶液调节至 pH 值为 5.0(用精密 pH 试纸检验),用水稀释至 500 mL,于冰箱中保存。生霉后重新制备。

6.7.2.12 缓冲溶液

称取 44 g 乙酸钠溶于 400 mL 水中,加 22 mL 冰乙酸,再滴加冰乙酸调至溶液 pH 值为 4.7(用精密 pH 试纸检验),然后加水稀释至 500 mL。

6.7.2.13 氟化物标准溶液:1 mL 溶液含氟(F)0.01 mg。

用移液管移取 1.0 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氟化物标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.7.3 仪器、设备

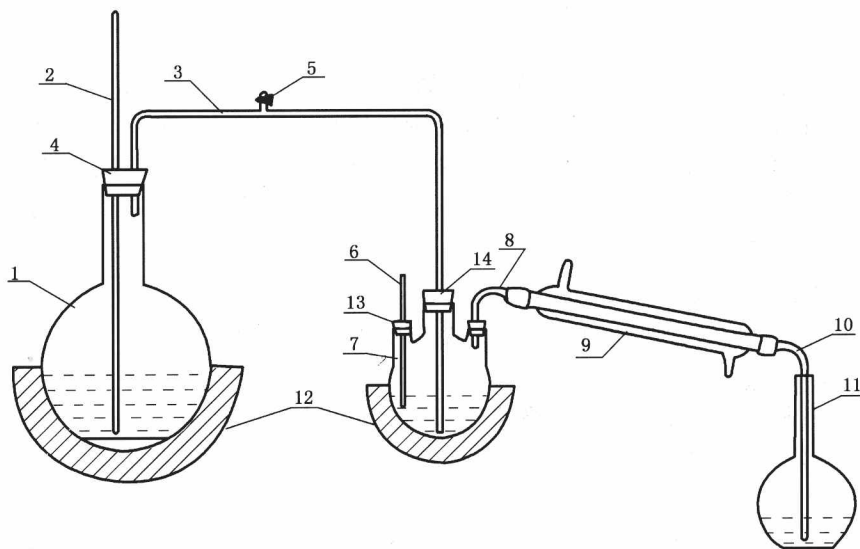
测氟蒸馏装置:见图 1。

6.7.4 分析步骤

称取 $2.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,置于 250 mL 三口烧瓶(见测氟装置示意图)中,加 10 粒~20 粒玻璃珠。慢慢加入 10 mL 高氯酸,用约 8 mL 水冲洗瓶壁,加 3 滴~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。连接好水蒸汽发生器及直形冷凝器,将冷凝器的末端接上玻璃弯管,并使弯管插入盛有 10 mL 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液和 2 滴酚酞指示液的 250 mL 容量瓶中。水蒸汽发生器中加 500 mL 水,滴加 1 mol/L 氢氧化钠溶液使溶液呈碱性。打开螺丝夹,加热至近沸。关闭螺丝夹,将水蒸汽通入三口烧瓶中。三口烧瓶同时加热,并调节水蒸汽进入量,使温度上升后保持在 $135^\circ\text{C} \sim 140^\circ\text{C}$ 之间。如果容量瓶中的溶液褪色,补加适量 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液,直到馏出液约为 200 mL,停止蒸馏,摇匀。用 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液或盐酸溶液调节至 pH 值为 7.0,然后再加 2 滴盐酸溶液,加水至刻度,摇匀。移取出 25 mL 置于 50 mL 纳氏比色管中,加 5 mL 茜素萘胺络合剂、3 mL 缓冲溶液,混匀,慢慢加入 5 mL 硝酸镧溶液,振摇,再加入 10 mL 丙酮,加水至 5 mL,室温放置 20 min。与标准比对溶液比较,其蓝色不得深于标准比对溶液。

标准比对溶液是取一定量氟化物标准溶液,与试样溶液同时同样处理。

测定无水硫酸钙含量取 1 mL 氟化物标准溶液;测定二水硫酸钙含量取 0.6 mL 氟化物标准溶液。



- 1——蒸汽发生器(1 000 mL 烧瓶);
2——安全管($\phi 5 \text{ mm}$);
3——玻璃管($\phi 5 \text{ mm}$);
4——橡皮塞;
5——三通管和螺丝夹;
6——温度计(200°C);

- 7——三口烧瓶(250 mL);
8、10——玻璃弯管;
9——直形冷凝器(500 mm);
11——容量瓶(250 mL);
12——加热套或电炉;
13、14——橡皮塞。

图 1 测氟装置示意图

6.8 硒含量的测定

6.8.1 方法提要

用环乙烷离心萃取以除去痕量水,在 380 nm 下用分光光度计测定萃取液的吸光度值。

6.8.2 试剂和材料

6.8.2.1 环乙烷;

6.8.2.2 盐酸溶液:1+5;

6.8.2.3 盐酸溶液:2+5;

6.8.2.4 氨水溶液:1+3;

6.8.2.5 2,3-二氨基萘溶液

称取 0.1 g 2,3-二氨基萘溶液和 0.5 g 盐酸羟胺溶解于 100 mL 盐酸溶液 [$c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$] 中。

6.8.2.6 硒标准溶液:1 mL 溶液含硒(Se)1 μg

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的硒标准溶液,置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度、摇匀。

6.8.2.7 精密 pH 试纸:0.5~5.0。

6.8.3 分析步骤

6.8.3.1 标准溶液的制备

移取 6.0 mL 硒标准溶液,置于 150 mL 烧杯中,加入 50 mL 盐酸溶液(1+5),混匀。

6.8.3.2 试样溶液的制备

称取 $0.20 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,置于 150 mL 烧杯中,加入 25 mL 盐酸溶液(2+5)溶解。如有必要边搅拌加热至沸,并于蒸汽浴上蒸 15 min,冷却至室温。加水至 50 mL。

6.8.3.3 空白溶液的制备

于 150 mL 烧杯中加入 50 mL 盐酸溶液(1+5),作为空白溶液。

6.8.4 萃取

在标准溶液、试样溶液和空白溶液中分别小心加入 5 mL 氨水溶液,摇匀,冷却。再分别滴加氨水溶液使各溶液 pH 值约为 2.0(使用精密 pH 试纸测定),加水至 60 mL。分别转移到分液漏斗中,并加水至约 80 mL。然后再分别加入 0.2 g 盐酸羟胺,摇匀溶解,立刻加入 5.0 mL 2,3-二氨基萘溶液,塞紧塞子振摇混合,静置 100 min。再分别加入 5.0 mL 环乙烷,用力振摇 2 min,放置分层。将有机相再经离心分离痕量水后用于吸光度测定。

6.8.5 吸光度的测定

将有机相转移至 1 cm 比色皿中,于 380 nm 波长处测量其吸光度。

6.8.6 结果的判定

试样溶液的有机相吸光度不得大于标准溶液有机相的吸光度。

6.9 干燥减量的测定

6.9.1 方法提要

将试样在 250℃ 下干燥至质量恒定,比较试样干燥前后的减少量,经计算确定干燥减量。

6.9.2 仪器、设备

高温炉:250℃ \pm 5℃。

6.9.3 分析步骤

称取约 10 g 无水硫酸钙或约 5 g 二水硫酸钙,精确至 0.01 g,置于预先在 250℃ \pm 5℃ 下干燥至质量恒定的瓷坩锅中,在 250℃ \pm 5℃ 的高温炉中烘至质量恒定,取出后置于干燥器中冷却,称量。

6.9.4 结果计算

干燥减量以质量分数 w_3 计,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m_1 ——干燥前试料和称量瓶的质量的数值,单位为克(g);