

GB

中国 强制性
国家标准汇编

食品卷 2

(第三版)

国家标准化管理委员会
中国标准出版社 编



中国标准出版社

中国强制性国家标准汇编

食 品 卷 2

(第三版)

国家标准化管理委员会
中 国 标 准 出 版 社

中 国 标 准 出 版 社

2003

图书在版编目 (CIP) 数据

中国强制性国家标准汇编·食品卷·2/国家标准化管理委员会, 中国标准出版社编. —3 版. —北京: 中国标准出版社, 2003

ISBN 7-5066-3134-2

I. 中… II. ①国…②中… III. ①国家标准-汇编-中国②食品工业-国家标准-汇编-中国
IV. T-652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2003) 第 031035 号

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码: 100045

电话: 68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行, 各地新华书店经售

开本 880×1230 1/16 印张 39 1/4 插页 1 字数 1 142 千字

2003 年 6 月第三版 2003 年 6 月第一次印刷

*
印数 1—2 000 定价 84.00 元

网址 www.bzcb.com

版权专有 侵权必究
举报电话: (010)68533533

《中国强制性国家标准汇编》总编审委员会

主 审 李忠海

副 主 审 王忠敏 孙晓康 石保权 宿忠民

委 员 (按姓氏笔画为序)

王希林 王宗龄 石宝祥 邓瑞德 刘淑英 刘霜秋
孙旭亮 李安东 李智勇 谷晓宇 张灵光 张 琳
杨泽世 陈 九 陈 刚 国焕新 姜永平 钟 莉
殷明汉 黄 夏 崔凤喜 崔 华 温珊林 裴庆军
廖晓谦 樊艳红 戴 红

《中国强制性国家标准汇编》总编辑委员会

主 编 张健全

副 主 编 刘国普 白德美 冯 强 隋松鹤 董志民 王守一

编 委 魏丽萍 高 莹 段 炼 张 宁 段 方 于苗路
刘晓东 张燕敏

《中国强制性国家标准汇编》分编辑委员会

主 编 魏丽萍

编 委 (按姓氏笔画为序)

刘 焱 张 颖 殷 爽 曹锐金

封面设计 张晓平 徐东彦 李冬梅

版式设计 李 玲 张利华

责任印制 邓成友

工作人员 林 艳 张玉荣

第三版出版说明

《中国强制性国家标准汇编》于1993年出版第一版，1997年出版第二版。自本套大型系列汇编出版以来，由于其具有权威性、全面性、实用性的特点，深受读者欢迎。随着社会主义市场经济发展和国际贸易的需要，一些强制性标准已陆续修订。为了满足读者的需要，我们决定对原有汇编进行修订。

这次第三版修订主要依据国家质量监督检验检疫总局对2002年12月31日以前批准发布的强制性国家标准的复审结果。本系列汇编收集了国家质量监督检验检疫总局确认的全部2785项强制性国家标准和全部标准修改单。为保证全书的时效性，我们将2003年1月1日至2003年3月31日由国家质量监督检验检疫总局批准发布的强制性标准一并收入，全书收集标准共计2807项。

本系列汇编收集的强制性国家标准按《中国标准文献分类法》大类分类，原则上按类设卷；标准多的类别，每卷又分若干分册；标准少的类别合卷编排；每册按标准类别排列，每类按标准编号从小到大顺序排列。

全书包括18卷43分册，具体名称如下：

综合卷1(包括中国标准文献分类法中A00~45类)

综合卷2(包括中国标准文献分类法中A51~77类)

综合卷3(包括中国标准文献分类法中A79~94类)

农林卷1(包括中国标准文献分类法中B09~43类)

农林卷2(包括中国标准文献分类法中B44~96类)

医药、卫生、劳动保护卷1(包括中国标准文献分类法中C04~40类)

医药、卫生、劳动保护卷2(包括中国标准文献分类法中C41~50类)

医药、卫生、劳动保护卷3(包括中国标准文献分类法中C51~52类)

医药、卫生、劳动保护卷4(包括中国标准文献分类法中C53类)

医药、卫生、劳动保护卷5(包括中国标准文献分类法中C56~59类)

医药、卫生、劳动保护卷6(包括中国标准文献分类法中C60~63类)

医药、卫生、劳动保护卷7(包括中国标准文献分类法中C65~67类)

医药、卫生、劳动保护卷8(包括中国标准文献分类法中C68~72类)

医药、卫生、劳动保护卷9(包括中国标准文献分类法中C73~81类)

医药、卫生、劳动保护卷10(包括中国标准文献分类法中C82~91类)

矿业、冶金卷(包括中国标准文献分类法中D、H类)

石油卷(包括中国标准文献分类法中E类)

能源卷(包括中国标准文献分类法中F类)

化工卷1(包括中国标准文献分类法中G09~25类)

化工卷2(包括中国标准文献分类法中G32~93类)

机械卷1(包括中国标准文献分类法中J07~74类)

机械卷 2(包括中国标准文献分类法中 J74~78 类)
电工卷 1(包括中国标准文献分类法中 K01~09 类)
电工卷 2(包括中国标准文献分类法中 K09 类)
电工卷 3(包括中国标准文献分类法中 K10~30 类)
电工卷 4(包括中国标准文献分类法中 K31 类)
电工卷 5(包括中国标准文献分类法中 K32~39 类)
电工卷 6(包括中国标准文献分类法中 K40~49 类)
电工卷 7(包括中国标准文献分类法中 K50~64 类)
电工卷 8(包括中国标准文献分类法中 K65~71 类)
电工卷 9(包括中国标准文献分类法中 K72~84 类)
电子与信息技术卷 1(包括中国标准文献分类法中 L06~71 类)
电子与信息技术卷 2(包括中国标准文献分类法中 L71 类)
电子与信息技术卷 3(包括中国标准文献分类法中 L71~85 类)
通信、广播、仪器、仪表卷(包括中国标准文献分类法中 M、N 类)
工程建设卷(包括中国标准文献分类法中 P 类)
建材卷(包括中国标准文献分类法中 Q 类)
公路、水路、铁路卷(包括中国标准文献分类法中 R、S 类)
车辆、船舶、航空、航天卷(包括中国标准文献分类法中 T、U、V 类)
食品卷 1(包括中国标准文献分类法中 X04~42 类)
食品卷 2(包括中国标准文献分类法中 X42~87 类)
轻工、纺织、文化用品卷(包括中国标准文献分类法中 Y、W 类)
环境保护卷(包括中国标准文献分类法中 Z 类)
鉴于本汇编收录的标准发布年代不尽相同,所用计量单位、符号未做改动。
本汇编部分标准现正在进行修订,望读者随时注意新版标准的出版信息。
本册为食品卷(分类代号 X)第 2 册,共收入 93 项强制性国家标准。

编 者
2003 年 4 月

第一版出版说明

一、《中华人民共和国标准化法》和《中华人民共和国标准化法实施条例》规定，“制定标准应当有利于保障安全和人民的身体健康，保障消费者利益，保护环境”；“国家标准、行业标准分为强制性标准和推荐性标准”；“保障人体健康，人身、财产安全的标准和法律、行政法规规定强制执行的标准是强制性标准，其他标准是推荐性标准”；“从事科研、生产、经营的单位和个人，必须严格执行强制性标准”，“不符合强制性标准的产品，禁止生产、销售和进口”。《中华人民共和国产品质量法》规定，产品质量应“不存在危及人身、财产安全的不合理的危险，有保障人体健康，人身、财产安全的国家标准、行业标准的，应当符合该标准”。《中华人民共和国经济合同法》规定，购销合同中“产品质量要求和包装质量要求，有国家强制性标准或者行业强制性标准的，不得低于国家强制性标准或者行业强制性标准签订”。

二、为了适应发展社会主义市场经济和实施《中华人民共和国产品质量法》的需要，国家技术监督局依据《中华人民共和国标准化法》和《中华人民共和国标准化法实施条例》的有关规定，对 1993 年 4 月 30 日以前批准、发布的强制性国家标准进行了复审，确定 1666 项为强制性国家标准（国家技术监督局公告，一九九三年十月二十日）。本汇编收录的即为上述全部强制性国家标准。

三、本汇编收录的强制性国家标准按专业分类编排。原则上按类设卷；标准多的类，每卷又分若干分册；标准少的类合卷编排。共分 14 卷：综合卷，农林卷，医药、卫生、劳动保护卷，石油、化工卷，矿业、冶金、能源卷，机械卷，电工卷，电子元器件、信息技术卷，通信、广播、仪器、仪表卷，工程建设、建材卷，公路、水路、铁路、车辆、船舶卷，纺织、轻工、文化及生活用品卷，食品卷，环境保护卷。

中国标准出版社

1993 年 12 月

第二版出版说明

一、现出版的本汇编食品卷第二版除保留第一版仍有效的国家标准外，增收了1993年5月1日至1997年5月底由国家技术监督局批准、发布的食品类（代号X）强制性国家标准（新制定和修订的）。食品卷共2个分册。

二、鉴于本书收录的标准因发布年代不尽相同，所用计量单位、符号在本书出版时未做改动。

中国标准出版社

1997年6月

目 录

X42	GB 7912—1987	食品添加剂 桉子黄(粉末、浸膏)	1
X42	GB 8272—1987	食品添加剂 蔗糖脂肪酸酯	4
X42	GB 8273—1987	食品添加剂 D-异抗坏血酸钠	12
X42	GB 8820—1988	食品添加剂 葡萄糖酸锌	16
X42	GB 8821—1988	食品添加剂 β -胡萝卜素	24
X42	GB 8850—1988	食品添加剂 对羟基苯甲酸乙酯	30
X42	GB 8851—1988	食品添加剂 对羟基苯甲酸丙酯	35
X42	GB 10348—1989	食品添加剂 乙酸芳樟酯	40
X42	GB 10354—1989	食品添加剂 苯甲醇	45
X42	GB 10355—1989	食品添加剂 乳化香精	49
X42	GB 10616—1989	食品添加剂 藻酸丙二醇酯	53
X42	GB 10617—1989	食品添加剂 蔗糖脂肪酸酯(丙二醇法)	58
X42	GB 10621—1989	食品添加剂 液体二氧化碳(石灰窑法和合成氨法)	63
X42	GB 11962—1989	食品添加剂 丁酸	70
X42	GB 11963—1989	食品添加剂 己酸	73
X42	GB 12487—1990	食品添加剂 乙基麦芽酚	76
X42	GB 12488—1995	食品添加剂 环己基氨基磺酸钠(甜蜜素)	80
X42	GB 12489—1990	食品添加剂 吖啉脂肪酸盐果蜡	86
X42	GB 13481—1992	食品添加剂 山梨醇酐单硬脂酸酯(斯潘 60)	90
X42	GB 13482—1992	食品添加剂 山梨醇酐单油酸酯(斯潘 80)	97
X42	GB 13510—1992	食品添加剂 三聚甘油单硬脂酸酯	105
X42	GB 13736—1992	食品添加剂 山梨酸钾	110
X42	GB 13737—1992	食品添加剂 L-苹果酸	116
X42	GB 14750—1993	食品添加剂 维生素 A	121
X42	GB 14751—1993	食品添加剂 维生素 B ₁ (盐酸硫胺)	125
X42	GB 14752—1993	食品添加剂 核黄素(维生素 B ₂)	130
X42	GB 14753—1993	食品添加剂 维生素 B ₆ (盐酸吡哆醇)	135
X42	GB 14754—1993	食品添加剂 维生素 C(抗坏血酸)	139
X42	GB 14755—1993	食品添加剂 维生素 D ₂ (麦角钙化醇)	143
X42	GB 14756—1993	食品添加剂 维生素 E(dl- α -醋酸生育酚)	147
X42	GB 14757—1993	食品添加剂 烟酸	151
X42	GB 14758—1993	食品添加剂 咖啡因	155
X42	GB 14759—1993	食品添加剂 牛磺酸	160
X42	GB 14888.1—1994	食品添加剂 新红	164
X42	GB 14888.2—1994	食品添加剂 新红铝色淀	175

注：本书收集的国家标准的年代号用四位数字表示，鉴于部分国家标准出版年代不同，正文部分仍保留原样。

X42	GB 14889—1994	食品添加剂 柠檬酸钾	185
X42	GB 15358—1994	食品添加剂 DL-酒石酸	189
X42	GB 15570—1995	食品添加剂 叶酸	195
X42	GB 15572—1995	食品添加剂 乙酸钙	201
X42	GB 15612—1995	食品添加剂 蒸馏单硬脂酸甘油酯	206
X42	GB 15809—1995	食品添加剂 抗坏血酸钙	212
X42	GB 16313—1996	食品添加剂 抗坏血酸钠	216
X42	GB 16314—1996	食品添加剂 L-抗坏血酸棕榈酸酯	222
X42	GB 17203—1998	食品添加剂 柠檬酸钙	227
X42	GB 17511.1—1998	食品添加剂 诱惑红	233
X42	GB 17511.2—1998	食品添加剂 诱惑红铝色淀	247
X42	GB 17512.1—1998	食品添加剂 赤藓红	255
X42	GB 17512.2—1998	食品添加剂 赤藓红铝色淀	266
X42	GB 17787—1999	食品添加剂 左旋肉碱	273
X44	GB 4349—1993	食品添加剂 丁酸乙酯	279
X44	GB 8315—1987	食品添加剂 己酸乙酯	282
X44	GB 8317—1987	食品添加剂 乳酸乙酯	286
X44	GB 8318—1987	食品添加剂 生姜油(蒸馏)	290
X44	GB 8319—1987	食品添加剂 亚洲薄荷素油	293
X50	GB 8537—1995	饮用天然矿泉水	297
X50	GB 10789—1996	软饮料的分类	304
X51	GB 15266—2000	运动饮料	310
X51	GB 17323—1998	瓶装饮用纯净水	320
X51	GB 17324—1998	瓶装饮用纯净水卫生标准	327
X55	GB 18650—2002	原产地域产品 龙井茶	333
X55	GB 18665—2002	蒙山茶	341
X55	GB 18745—2002	武夷岩茶	353
X55	GB 18862—2002	原产地域产品 杭白菊	365
X55	GB 18957—2003	原产地域产品 洞庭(山) 碧螺春茶	375
X60	GB 10344—1989	饮料酒标签标准	382
X61	GB 11856—1997	白兰地	388
X61	GB 18356—2001	茅台酒(贵州茅台酒)	419
X61	GB 18624—2002	水井坊酒	427
X62	GB 4927—2001	啤酒	437
X62	GB 17946—2000	绍兴酒(绍兴黄酒)	444
X62	GB 18966—2003	原产地域产品 烟台葡萄酒	451
X63	GB 10343—2002	食用酒精	459
X66	GB 18186—2000	酿造酱油	464
X66	GB 18187—2000	酿造食醋	472
X66	GB 18623—2002	镇江香醋	479
X69	GB 10794—1989	食品添加剂 L-赖氨酸盐酸盐	486
X82	GB 10765—1997	婴儿配方乳粉Ⅰ	493
X82	GB 10766—1997	婴儿配方乳粉Ⅱ、Ⅲ	501

X82	GB 10767--1997	婴幼儿配方粉及婴幼儿补充谷粉通用技术条件	510
X82	GB 10769—1997	婴幼儿断奶期辅助食品	522
X82	GB 10770—1997	婴幼儿断奶期补充食品	531
X83	GB 10775—1989	婴幼儿辅助食品 苹果泥	540
X83	GB 10776—1989	婴幼儿辅助食品 胡萝卜泥	549
X83	GB 10777—1989	婴幼儿辅助食品 肉泥	554
X83	GB 10779—1989	婴幼儿辅助食品 鸡肉菜糊	559
X83	GB 10780—1989	婴幼儿辅助食品 番茄汁	565
X83	GB 16740—1997	保健(功能)食品通用标准	571
X87	GB 5606.3—1996	卷烟 卷制技术要求	578
X87	GB 5606.4—1996	卷烟 感官技术要求	583
X87	GB 5606.5—1996	卷烟 主流烟气与烟丝化学技术指标	589
X87	GB 5606.6—1996	卷烟 质量综合判定	592
X87	GB 5991.1—2000	香料烟 分级技术要求	596
X87	GB 15269—1994	雪茄烟	602

中华人民共和国国家标准

UDC 666.198·620.179

食品添加剂 栀子黄(粉末、浸膏)

Food additive—Gardenia yellow, crocin

本标准适用于以栀子果实为原料所提取的栀子黄，在食品工业中作为着色剂。

1 技术要求

1.1 外观

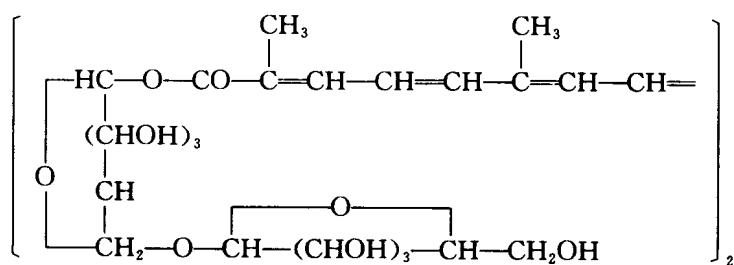
本品粉末呈橙黄色，浸膏呈黄褐色。

1.2 分子式、分子量、结构式

藏花素 分子式： $C_{44}H_{64}O_{24}$ ；

分子量：977.21；

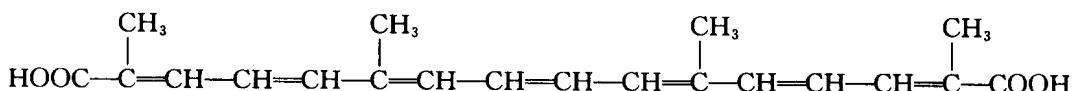
结构式：



藏花酸 分子式： $C_{20}H_{24}O_4$ ；

分子量：328.35；

结构式：



1.3 项目和指标(见表 1)

表 1

项 目	指 标	
	粉 末	浸 膏
吸光度 $E_{1\text{ cm}}^{1\% \text{ at } 440 \text{ nm}}$ \geq	24	15
干燥失重, % \leq	7	50
灰 分, % \leq	9	5
砷(As), ppm \leq	2	1
铅(Pb), ppm \leq	3	2
重 金 属, ppm \leq	10	10

先加热至 700~800℃的马福炉中灼烧至恒重。

2.4.2 计算

$$\text{灰分}(\%) = \frac{G_1 - G_2}{G} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (4)$$

式中: G_1 —— 坩埚加灰分重量, g;

G_2 — 坩埚重量, g;

G —— 样品重量, g。

2.5 砷的检测

按照 GB 8450—87《食品添加剂中砷的测定方法》检测。

2.6 铅的检测

按照 GB 8449—87《食品添加剂中铅的测定方法》检测。

2.7 重金属的测定

按照 GB 8451—87《食品添加剂中重金属限量试验法》检测。

3 检测规则

3.1 本品应由生产厂的质量检验部门逐批进行检验。生产厂应保证出厂产品均符合本标准的要求，并在包装件内附有产品质量检验合格证。

3.2 使用单位可按照本标准规定的检验规则和试验方法,对所购买的产品进行质量检验,以检验产品的质量是否符合本标准的要求。

3.3 取样方法:应从每批产品中按 5%选取试样,用取样工具伸入包装容器的四分之三处采样。粉末和浸膏状每批样品的总重量不少于 100 g,平均分装于两个清洁、干燥的具塞瓶内,贴以标签,注明产品名称、批号及取样日期,一瓶送化验室分析,一瓶密封保存以备仲裁。

3.4 如果在检验中有一项指标不符合标准,应重新从两倍量的包装中抽样复验,重新检验的结果若有一项指标不合格,则该批产品不予验收。

3.5 若使用单位对产品质量提出异议,可由供需双方协商选定仲裁单位,按照本标准规定的验收规则和检验方法进行仲裁分析。

4 包装、标志、贮存和运输

4.1 桔子黄粉末用聚乙烯塑料袋装后,再置于马口铁筒内,每听净重分别为 250 g, 500 g, 1 000 g; 浸膏用聚乙烯细口塑料瓶(桶)装,净重分别为 500 g, 1 000 g, 2 500 g, 外包装采用瓦楞纸箱。

4.2 桔子黄内外包装上均应标明生产厂名、产品名称、批号、生产日期、净重、使用方法、贮存条件，并标有食品添加剂字样。

4.3 桔子黄应贮存于避光、干燥的地方,密封保存,禁止与有毒物品混放。保存期粉末为一年半,浸膏为一年。

4.4 框子在装卸运输过程中应防止日晒雨淋，应小心轻放，勿倒置，禁止与有毒物及混在一起装运。

附加说明.

本标准由中华人民共和国林业部提出,由林业部科技司归口

本标准由湖南省林业科学研究所、商业部南京野生植物综合利用研究所、湖南省卫生防疫站、天津市卫生防疫站负责起草。

本标准起草人汪敏学、柳素娟、庄雪冰、田惠光

中华人民共和国国家标准

食品添加剂 蔗糖脂肪酸酯

UDC 661.733
: 664

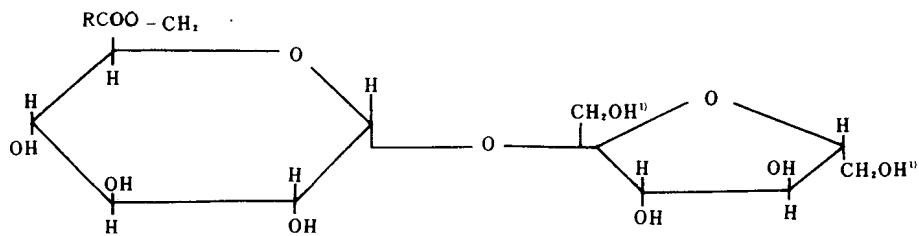
GB 8272—87

Food additive

Sucrose fatty acid ester

本标准适用于蔗糖与脂肪酸酯化而成的蔗糖脂肪酸酯。本标准规范产品可作为食品添加剂，如乳化剂、润湿剂、改质剂及水果保鲜剂等。

结构式（以 $n=1$ 即蔗糖单脂肪酸酯为代表）：



注：1) 为能与脂肪酸结合生成二酯或三酯时的羟基位置。

示性式： $(RCOO)_nC_{12}H_{12}O_3(OH)_{8-n}$ ；

式中：R——脂肪酸的烃基；

n ——蔗糖的羟基酯化数。

1 技术要求

1.1 外观

本品为白色至黄褐色粉末状、块状或无色至微黄色的粘稠树脂状物质。无臭无异味。

1.2 项目和指标

指 标 名 称 项 目	指 标
酸值（以 KOH mg/g 计）	不大于 5.0
二甲基甲酰胺 (DMF), mg/kg	不大于 5.0
砷 (As), mg/kg	不大于 1.0
重金属（以 Pb 计）, mg/kg	不大于 20
游离糖（以蔗糖计）, %	不大于 10.0
水分, %	不大于 4.0
灰分, %	不大于 1.5

中华人民共和国轻工业部 1987-10-19 批准

1988-02-01 实施

2 试验方法

2.1 样品的处理

所采样品均需经过充分混匀后方可取检。

2.2 如无特别规定，试验中所用的水应为蒸馏水或相当纯度的去离子水。

2.3 酸值（以 KOH 计）的测定

2.3.1 试剂和溶液

2.3.1.1 四氢呋喃

2.3.1.2 氢氧化钾（GB 2303）：分析纯，0.1N 标准溶液，按 GB 601 配制并标定。

2.3.1.3 pH9.18 标准溶液

溶解 3.81g 硼砂（GB 628）至 1 000 毫升水中，25℃时此溶液 pH 值为 9.18。

2.3.2 仪器

2.3.2.1 酸度计

2.3.2.2 电磁搅拌器

2.3.3 测定程序

用 pH 标准溶液（2.4.1.2）校正 pH 计。

准确称取样品约 1g（称准至 0.000 2g）于 150mL 烧杯中，加入 40mL 四氢呋喃及 20mL 水在水浴上加热溶解，放置至室温，置电磁搅拌器（2.3.2.2）上，连接好电极及 pH 计，用 0.1N 氢氧化钾或标准溶液（2.3.1.2）滴至 pH8.20。同时作空白试验。

酸值按下式计算：

$$X = \frac{(V_1 - V_0) N \cdot 56.11}{W} \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中：X——样品的酸值；

V_0 ——空白试验所消耗的氢氧化钾标准溶液（2.3.1.2）的体积，mL；

V_1 ——试样消耗氢氧化钾标准溶液（2.3.1.2）的体积，mL；

N——氢氧化钾标准溶液（2.3.1.2）的当量浓度；

56.11——1mL 1N 氢氧化钾溶液相当氢氧化钾的毫克数；

W——试样的质量，g。

2.4 二甲基甲酸胺（DMF）的测定

2.4.1 方法一

2.4.1.1 试剂与溶液

a. 氢氧化钠（GB 629），以甲醇（b）配制成 5% 溶液；

b. 甲醇（GB 683）；

c. 盐酸（GB 622），1%（V/V）甲醇（b）溶液；

d. 二硫化碳（HGB 3108）：1 份二硫化碳与 20 份三氯甲烷（V/V）（GB 682）之混合液；

e. 10% 氨溶液；

取氨水（GB 631）40mL，加蒸馏水至 100mL；

f. 硫酸酮（GB 665）；

g. 柠檬酸（HG 3—1108），20% 水溶液；

h. 硫酸酮—氨试液

取 10% 氨溶液（e）2 份和柠檬酸溶液（g）3 份的混合液 50mL，溶解 0.4g 硫酸酮（f）；

i. 冰乙酸（GB 676），30% 溶液；

j. 盐酸二甲胺标准溶液。

称取于五氧化二磷干燥器干燥 24h 以上的化学纯盐酸二甲胺 1.115 7g, 溶于 1 000mL 水中。吸取此溶液 5mL, 加水稀释至 1 000mL。此溶液 1mL 相当于二甲基甲酰胺 5 μ g。

2.4.1.2 测定程序

精确称取样品 1g (称准至 0.001g) 于 250mL 标准磨口圆底烧瓶中, 加入氢氧化钠甲醇溶液 (a) 100mL, 连接好回流蒸馏装置。接受器内预先装有 10mL 盐酸甲醇溶液 (c), 将烧瓶置水浴中加热使回流 30 分钟, 随后除去回流冷凝器中的冷却水, 收集蒸馏液 50mL, 在水浴上浓缩近干, 然后加水 10mL 溶解之, 再移入 125mL 分液漏斗中, 每次以 10mL 水洗涤接受器三次。将洗液与分液漏斗中的液体合在一起, 加二硫化碳及三氯甲烷混合液 (d) 10mL 和 10% 氨溶液 (e) 5mL, 激烈摇动混合 2min。再加硫酸酮-氨溶液 (h) 1mL, 激烈摇动混合 1min, 接着加 5mL 冰乙酸 (i), 仍激烈摇动混合 1min。取下层用无水硫酸钠脱水, 如此所得到的液体的颜色不得深于按下述操作得到的液体的颜色, 即取盐酸二甲胺标准溶液 (j) 10mL 于分液漏斗, 加水 30mL, 以后, 如上述样品测定相同的程序进行操作。

2.4.2 方法二

2.4.2.1 仪器

- a. 气相色谱仪;
- b. 微量注射器, 10 μ L;
- c. 容量瓶, 50mL、10mL;
- d. 离心机;
- e. 色谱柱。

柱子: 柱长 2m、外径 4mm、玻璃螺旋柱。

固定相: 在 6201 担体 (60~80 目) 上涂以 5%PEG20M 氢氧化钾。

2.4.2.2 色谱条件

柱温: 120℃;

检测温度: 150℃;

进样口温度: 200℃;

载气流量: 氮气 30mL/min;

保留时间: 4.748s。

2.4.2.3 色谱分析

a. 标准曲线的绘制 取 25mL 的容量瓶, 加水适量称重, 滴加二甲基甲酰胺数滴再称重, 两次重量之差为二甲基甲酰胺的重量。用水稀释至刻度, 再稀释成 20、40、60、80 μ g/mL 的四种标准溶液, 各取一定量标准溶液于蒸发皿内, 加 1:2 盐酸试液两滴, 经水浴上蒸发浓缩后, 再转入 10mL 容量瓶中定容, 取 2 μ L 进样。每个浓度各进样三次, 求其峰高的平均值。用保留时间作定性指标, 以峰高对含量作图, 绘制标准曲线。

b. 样品处理 称取适量经充分磨细混匀样品于乳钵中, 分数次加入蒸馏水共加入约 50mL, 研磨均匀转入离心管内离心分离, 分出全部混浊液。于混浊液内加 1:2 盐酸试液 2 滴, 摆匀, 静置, 离心分离, 将上层清液全部转入蒸发皿内, 再用少量水洗涤沉淀、离心, 将上层清液合并于蒸发皿内, 放置水浴上蒸发浓缩, 最后转入 10mL 容量瓶内定容, 取 2 μ L 进样。

c. 结果计算 由样品峰高查标准曲线即得二甲基甲酰胺量, 再由称取的样品量换算成样品中二甲基甲酰胺含量。

2.5 砷的测定

2.5.1 试剂和溶液

2.5.1.1 标准砷溶液

按 GB 602 配制。此溶液稀释 100 倍得到使用液一毫升相当于 1 μ g 的砷。

2.5.1.2 硫酸 (GB 625): 分析纯。