



中华人民共和国国家标准

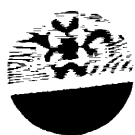
GB/T 8269—2006
代替 GB/T 8269—1998

柠 檬 酸

Citric acid

2006-07-18 发布

2006-12-01 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

目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量	1
4 产品分类	2
5 要求	2
6 分析方法	2
7 检验规则	9
8 标志、包装、运输和贮存	10

前 言

本标准理化指标非等效采用《英国药典》(2003 年版)和《美国药典》(27 版),其中柠檬酸含量、草酸盐、硫酸灰分、重金属指标严于《英国药典》(2003 年版),砷盐指标严于《美国药典》(27 版)。

本标准试验方法参考采用了《英国药典》(2003 年版)、《美国药典》(27 版)、《中华人民共和国药典》(2000 年版)中的试验方法。

本标准代替 GB/T 8269—1998《柠檬酸》。

本标准与 GB/T 8269—1998 相比主要变化如下:

- 增加了无水柠檬酸理化指标,并按质量分级分为优级和一级;
- 调整了无水柠檬酸及一水柠檬酸含量范围;
- 取消了钡盐、白度值、颗粒度三项指标;
- 澄清度与样液色泽指标合并,以透光率(%)表示;
- 机械杂质指标改为“水不溶物”;
- 试验方法对应指标的改变做了相应的增减和修改。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国食品工业标准化技术委员会发酵分技术委员会归口。

本标准由安徽丰原生化股份有限公司、山东日照泰山洁晶生化有限公司、江苏宜兴协联生化有限公司、中国食品发酵工业研究院、黄石兴华生化有限公司、山东柠檬生化有限公司负责起草。

本标准主要起草人:徐仁方、常珠侠、赵洪波、陈景韩、张蔚、康永璞、冯家骏、刘海清。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 8269—1987、GB/T 8269—1998。

柠 檬 酸

1 范围

本标准规定了柠檬酸的化学名称、分子式、结构式和相对分子质量、产品分类、要求、分析方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于由淀粉质或糖质原料发酵制得的柠檬酸产品。

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

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 606 化学试剂 水分测定通用方法 卡尔·费休法

GB/T 5009.11—2003 食品中总砷及无机砷的测定方法

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

GB 50073—2001 洁净厂房设计规范

3 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

3.1 化学名称

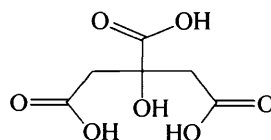
2-羟基丙烷-1,2,3 三羧酸。

3.2 无水柠檬酸

3.2.1 分子式: $C_6H_8O_7$ 。

3.2.2 相对分子质量:192.12。

3.2.3 结构式:

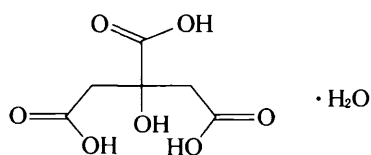


3.3 一水柠檬酸

3.3.1 分子式: $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ 。

3.3.2 相对分子量:210.14。

3.3.3 结构式:



4 产品分类

按是否含结晶水分为以下两类。

4.1 无水柠檬酸。

4.2 一水柠檬酸。

5 要求

5.1 感官要求

本品为无色或白色结晶状颗粒或粉末(二级略显灰黄色);无臭,味极酸;易溶于水,溶于乙醇,微溶于乙醚;水溶液呈酸性反应,一水柠檬酸在干燥空气中略有风化。

5.2 理化要求

应符合表 1 的要求。

表 1 柠檬酸理化要求

项 目	无水柠檬酸		一水柠檬酸		
	优级	一级	优级	一级	二级
鉴别试验	符合试验		符合试验		
柠檬酸含量/(%)	99.5~100.5		99.5~100.5		≥99.0
透光率/(%) ≥	98.0	96.0	98.0	95.0	—
水分/(%)	≤0.5		7.5~9.0		—
易炭化物 ≤	1.0		1.0		—
硫酸灰分/(%) ≤	0.05		0.05		0.1
氯化物/(%) ≤	0.005		0.005		0.01
硫酸盐/(%) ≤	0.01		0.015		0.05
草酸盐/(%) ≤	0.01		0.01		—
钙盐/(%) ≤	0.02		0.02		—
铁/(mg/kg) ≤	5		5		—
砷盐/(mg/kg) ≤	1		1		—
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg) ≤	5		5		—
水不溶物	滤膜基本不变色,目视可见杂色颗粒不超过 3 个		滤膜基本不变色,目视可见杂色颗粒不超过 3 个		—

6 分析方法

本标准中所用的水,在未注明其他要求时,均指符合 GB/T 6682—1992 中三级以上的水。

本标准中所用的试剂,在未注明规格时,均指分析纯(AR)。若有特殊要求须另作明确规定。

本标准中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

6.1 外观

称取试样 10 g,肉眼观察、嗅闻作出判断,做好记录。

6.2 鉴别试验

6.2.1 仪器

6.2.1.1 坩埚:25 mL。

6.2.1.2 具塞比色管:25 mL。

6.2.2 试剂和溶液

6.2.2.1 硫酸溶液(体积分数为5%):按 GB/T 603 配制。

6.2.2.2 硫酸汞溶液:称取氧化汞 5 g,先加水 40 mL,然后缓缓加入浓硫酸 20 mL,边加边搅拌,再加水 40 mL 搅拌使之溶解。

6.2.2.3 高锰酸钾溶液 $[c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4)=0.1\text{ mol/L}]$:按 GB/T 601 配制。

6.2.2.4 氢氧化钠溶液(50 g/L):称取氢氧化钠 5 g,用水溶解,加水稀释至 100 mL。

6.2.2.5 吡啶-乙酸酐溶液:将吡啶和乙酸酐按 3+1 混合。

6.2.2.6 柠檬酸试样溶液:用水配制,每毫升含柠檬酸 5 mg。

6.2.3 分析步骤

6.2.3.1 取少量试样于 25 mL 坩埚内,用直火灼灼,即缓缓分解,但不得发生焦糖臭。

6.2.3.2 吸取柠檬酸试样溶液 2 mL 于 25 mL 比色管中,用氢氧化钠溶液(6.2.2.4)调至中性,加硫酸溶液(6.2.2.1)1 滴。加热至沸。再加高锰酸钾溶液(6.2.2.3)1 滴,摇匀,紫色即消退。再加入硫酸汞溶液(6.2.2.2)1 滴,产生白色沉淀。

6.2.3.3 称取试样 5 mg 于 25 mL 比色管中,加吡啶-乙酸酐溶液(6.2.2.5)约 5 mL,即生成黄色到红色或紫红色的溶液。

6.3 含量

6.3.1 仪器

6.3.1.1 三角瓶:150 mL。

6.3.1.2 碱式滴定管。

6.3.2 试剂和溶液

6.3.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液 $[c(\text{NaOH})=0.5\text{ mol/L}]$:按 GB/T 601 配制与标定。

6.3.2.2 酚酞指示液(10 g/L):按 GB/T 603 配制。

6.3.2.3 无二氧化碳的水:按 GB/T 603 配制。

6.3.3 分析步骤

称取试样 1 g(精确至 0.000 1 g)于三角瓶内,加入无二氧化碳的水(6.3.2.3)50 mL 溶解,加酚酞指示液(6.3.2.2)3 滴,用氢氧化钠标准滴定溶液(6.3.2.1)滴定至粉红色为终点。同时作空白试验。

6.3.4 计算

一水柠檬酸的质量分数(以无水计)按式(1)计算,其数值以%表示。无水柠檬酸的质量分数按式(2)计算,其数值以%表示。

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times 0.064\ 04}{m_1 \times (1 - 0.085\ 66)} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

$$X_2 = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times 0.064\ 04}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X_1 ——一水柠檬酸的质量分数(以无水计),%;

V_1 ——试样滴定所耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白滴定所耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

0.064 04——与 1.00 mL 氢氧化钠 $[c(\text{NaOH})=1.000\text{ mol/L}]$ 相当的以克表示的无水柠檬酸的克数。

m_1 ——试样质量,单位为克(g);

0.085 66——一水柠檬酸中水的理论含量,即 $18/210.14=0.085\ 66$;

X_2 ——无水柠檬酸的质量分数,%。

6.3.5 允许差

同一试样两次测试结果的绝对差值,不得超过算术平均值的 0.2%。

6.4 透光率

6.4.1 仪器

6.4.1.1 容量瓶:100 mL。

6.4.1.2 分光光度计。

6.4.2 试验步骤

称取 50 g 试样(精确至 0.01 g),加水溶解,定容至 100 mL,摇匀;用 1 cm 比色皿,以水为空白对照,在波长 405 nm 下测定样液的透光率,记录读数。

6.4.3 允许差

同一试样两次测试结果的绝对差值,不得超过算术平均值的 0.2%。

6.5 水分

6.5.1 仪器

微量水分测定器(卡尔·费休水分测定仪)。

6.5.2 试剂和溶液

6.5.2.1 无水甲醇。

6.5.2.2 卡尔·费休试剂:按 GB/T 606 配制和滴定。

6.5.3 分析步骤

取无水甲醇 20 mL,在搅拌下用卡尔·费休试剂(6.5.2.2)滴定至终点,不记录读数。然后迅速加入适量的试样(一水柠檬酸取 0.1 g 或无水柠檬酸取 1 g),继续滴定至终点。

6.5.4 计算

试样水分的质量分数按式(3)计算,其数值以%表示。

$$X_3 = \frac{V_2 \times T}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

X_3 ——试样水分的质量分数,%;

V_2 ——试样滴定时消耗卡尔·费休试剂的体积,单位为毫升(mL);

T ——卡尔·费休试剂对水的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);

m_2 ——试样质量,单位为克(g)。

6.5.5 允许差

同一试样两次测试结果的绝对差值,无水柠檬酸不得超过算术平均值的 5%;一水柠檬酸不得超过算术平均值的 2%。

6.6 易炭化物

6.6.1 仪器

6.6.1.1 具塞比色管:25 mL。

6.6.1.2 恒温水浴锅:精度 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

6.6.2 试剂和溶液

6.6.2.1 盐酸溶液(体积分数为 1%):吸取盐酸 24 mL,稀释至 1 000 mL。

6.6.2.2 碘化钾。

6.6.2.3 硫酸溶液[$c(\frac{1}{2}(\text{H}_2\text{SO}_4))=1 \text{ mol/L}$]:按 GB/T 601 配制。

6.6.2.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液[$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$]:按 GB/T 601 配制和标定。

6.6.2.5 过氧化氢溶液(体积分数为 3%):吸取 30%过氧化氢 10 mL,加水稀释至 100 mL。

6.6.2.6 氢氧化钠溶液(300 g/L):称取氢氧化钠 30 g,用水溶解,加水稀释至 100 mL。

6.6.2.7 淀粉指示液(10 g/L):按 GB/T 603 配制。

6.6.2.8 三氯化铁。

6.6.2.9 氯化钴。

6.6.2.10 黄色原液:称取三氯化铁(6.6.2.8)46 g,溶于约 900 mL 盐酸溶液(6.6.2.1)中,再用此盐酸溶液稀释至 1 000 mL。标定时,用盐酸溶液(6.6.2.1)调整此黄色原液,使其每毫升含 46 mg $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 。溶液必须避光保存,现用现标定。

标定:吸取新配制的三氯化铁溶液 10 mL,加入水 15 mL、碘化钾(6.6.2.2)4 g、盐酸溶液(6.6.2.1)5 mL,立即塞上瓶盖避光静置 15 min,加入水 100 mL,析出的碘用硫代硫酸钠标准滴定溶液(6.6.2.4)滴定至浅黄色,加淀粉指示液(6.6.2.7)0.5 mL,继续滴定至终点。

注:每毫升 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液相当于 27.03 mg $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 。

6.6.2.11 红色原液:称取氯化钴(6.6.2.9)60 g,溶于约 900 mL 盐酸溶液(6.6.2.1)中,再用此盐酸溶液稀释至 1 000 mL。标定时用盐酸溶液(6.6.2.1)调整此红色原液,使其每毫升含 59.5 mg $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 。溶液必须避光保存,现用现标定。

标定:吸取新配制的氯化钴溶液 5.0 mL,加入过氧化氢溶液(6.6.2.5)5 mL 和氢氧化钠溶液(6.6.2.6)10 mL,缓缓煮沸 10 min,冷却。再加碘化钾(6.6.2.2)2 g、硫酸溶液(6.6.2.3)60 mL,立即塞上瓶盖,轻轻摇动,使沉淀溶解。析出的碘,用硫代硫酸钠标准滴定溶液(6.6.2.4)滴定至浅黄色,加淀粉指示液(6.6.2.7)0.5 mL,继续滴定至溶液呈粉红色时为终点。

注:每毫升 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液相当于 23.79 mg $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 。

6.6.2.12 色泽限度标准溶液:黄色原液和红色原液按 9+1 混合。

6.6.3 分析步骤

称取试样(优级 1.00 g,一级 0.75 g)于一支 25 mL 具塞比色管中,加入浓硫酸 10 mL,在 $(90 \pm 1)^\circ\text{C}$ 水浴中加热 1 min 后迅速振摇均匀,继续在 $(90 \pm 1)^\circ\text{C}$ 水浴中加热 1 h,取出,迅速冷却(天热时须用冰水冷却)。缓缓倒入 1 cm 比色皿中,以水为空白,用波长 500 nm 下测定吸光度为 A_1 ;同样操作测定色泽限度标准溶液(6.6.2.12)吸光度为 A_2 。

6.6.4 计算

易炭化物测定溶液吸光度比值按式(4)计算。

$$K = \frac{A_1}{A_2} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

K ——易炭化物测定溶液吸光度比值;

A_1 ——样液的吸光度值;

A_2 ——标准溶液的吸光度值。

判定: $K \leq 1.0$ 时为合格。

6.6.5 允许差

同一试样两次测定结果的绝对差值,不得超过算术平均值的 5%。

6.7 硫酸灰分

6.7.1 仪器

6.7.1.1 坩埚:石英或铂坩埚。

6.7.1.2 干燥器(用变色硅胶作干燥剂)。

6.7.1.3 天平:感量 0.1 mg。

6.7.1.4 高温炉。

6.7.2 试剂

浓硫酸。

6.7.3 分析步骤

称取试样 2 g(精确至 0.000 2 g)于已恒重的石英或铂坩埚内,缓缓炽灼至完全炭化。放冷,加浓硫酸 0.5 mL~1.0 mL 使其湿润,于低温下加热至硫酸烟雾除尽后,在 700℃~800℃高温炉中灼烧至完全灰化。取出,置于干燥器内冷却,称量。再于 700℃~800℃灼烧,直至恒重。

6.7.4 计算

硫酸灰分的质量分数按式(5)计算,其数值以%表示。

$$X_4 = \frac{m_1 - m_0}{m - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

X_4 ——硫酸灰分的质量分数,%;

m_1 ——炽灼后试样和坩埚的质量,单位为克(g);

m_0 ——坩埚的质量,单位为克(g);

m ——炽灼前试样和坩埚的质量,单位为克(g)。

6.7.5 允许差

同一试样两次测定结果的绝对差值,不得超过限量的 10%。

6.8 氯化物

6.8.1 仪器

具塞比色管:25 mL。

6.8.2 试剂和溶液

6.8.2.1 硝酸溶液(体积分数为 13%):按 GB/T 603 配制。

6.8.2.2 硝酸银溶液[$c(\text{AgNO}_3)=0.1 \text{ mol/L}$]:按 GB/T 603 配制。

6.8.2.3 氯化物标准溶液 I(含氯 0.1 g/L):按 GB/T 602 配制。

6.8.2.4 氯化物标准溶液 II(含氯 0.01 g/L):吸取氯化物标准溶液 I 10 mL,加水稀释至 100 mL。

6.8.2.5 氯化物标准溶液 III(含氯 0.005 g/L):吸取氯化物标准溶液 I 5 mL,加水稀释至 100 mL。

6.8.3 分析步骤

称取试样 1 g(精确至 0.000 1 g),加水溶解至 15 mL,再加硝酸溶液(6.8.2.1)1 mL 后,立即加入硝酸银溶液(6.8.2.2)1 mL,避光静置 2 min,在黑色背景下与标准管同时进行横向目视比浊,其乳白度不得超过按下列方法制备的标准管。

标准管的配制:测定优级、一级时,吸取氯化物标准溶液 III(6.8.2.5)10 mL;测定二级时,吸取氯化物标准溶液 II(6.8.2.4)10 mL,加水 5 mL,与上述试样管同时作同样处理。

6.9 硫酸盐

6.9.1 仪器

6.9.1.1 具塞比色管:50 mL。

6.9.1.2 烧杯:50 mL。

6.9.2 试剂和溶液

6.9.2.1 盐酸溶液(6 mol/L):按 GB/T 601 配制。

6.9.2.2 氯化钡溶液(250 g/L):称取氯化钡 25 g,用水溶解,加水稀释至 100 mL。

6.9.2.3 乙酸溶液(30%):按 GB/T 603 配制。

6.9.2.4 乙醇溶液(30%):量取乙醇(96%)313 mL,用水稀释至 1 000 mL。

6.9.2.5 硫酸盐标准溶液 I(0.1 g/L):称取硫酸钾 0.181 g,用乙醇溶液(6.9.2.4)稀释至 1 000 mL。

6.9.2.6 硫酸盐标准溶液 II(含硫酸根 0.01 g/L):吸取硫酸盐标准溶液 I(6.9.2.5)10.0 mL,用乙醇

溶液(6.9.2.4)稀释至 100 mL。

6.9.2.7 硫酸盐标准溶液Ⅲ(含硫酸根 0.015 g/L):吸取硫酸盐标准溶液 I (6.9.2.5)15 mL,用乙醇溶液(6.9.2.4)稀释至 100 mL。

6.9.2.8 硫酸盐标准溶液Ⅳ(含硫酸根 0.05 g/L):吸取硫酸盐标准溶液 I (6.9.2.5)50 mL,用乙醇溶液(6.9.2.4)稀释至 100 mL。

6.9.3 分析步骤

称取试样 1 g(精确至 0.01 g)于 50 mL 具塞比色管中,加水 15 mL 溶解,此液为试样溶液。

取两支 50 mL 具塞比色管,分别加入氯化钡溶液(6.9.2.2)1 mL,再加硫酸盐标准溶液 1 mL,振摇,静置 1 min。于一支比色管中吸入试样溶液 15 mL,另一支比色管中吸入硫酸盐标准溶液 10 mL 和水 5 mL(标准管),再各加入盐酸溶液(6.9.2.1)1 mL 和乙酸溶液(6.9.2.4)0.5 mL,摇匀,5 min 后,试样管的乳白度不得深于标准管。

无水柠檬酸用硫酸盐标准溶液Ⅱ(6.9.2.6);一水柠檬酸的优级、一级产品用硫酸盐标准溶液Ⅲ,二级产品用硫酸盐标准溶液Ⅳ。

6.10 草酸盐

6.10.1 仪器

6.10.1.1 具塞比色管:25 mL。

6.10.1.2 试管:15 mm×180 mm。

6.10.2 试剂和溶液

6.10.2.1 盐酸。

6.10.2.2 盐酸苯肼溶液(10 g/L):按 GB/T 603 配制。

6.10.2.3 铁氰化钾溶液(50 g/L):称取铁氰化钾 5 g,用水溶解,加水稀释至 100 mL。

6.10.2.4 锌粒。

6.10.2.5 草酸标准溶液 I (0.25 g/L):称取草酸($C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$)0.175 g,用水溶解,加水稀释至 500 mL。

6.10.2.6 草酸标准溶液Ⅱ(0.01 g/L):吸取草酸标准溶液 I (6.10.2.5)4 mL,用水稀释至 100 mL。

6.10.3 分析步骤

称取试样 0.4 g(精确至 0.01 g)于试管中,加入水 4 mL,加入盐酸 3 mL 及锌粒 1 g,煮沸 1 min,放置 2 min。移入盛有 0.25 mL 盐酸苯肼溶液(6.10.2.2)的试管中,加热至沸,迅速冷却,倒入 25 mL 具塞比色管内,加入等体积的盐酸和铁氰化钾溶液(6.10.2.3)0.25 mL,振摇,放置 30 min,与按下述方法制备的标准管进行目视比色,试样管产生的粉红色不得深于标准管。

标准管的制备:吸取草酸溶液Ⅱ(6.10.2.6)4 mL 于具塞比色管中,与上述试样管同时同样处理。

6.11 钙盐

6.11.1 仪器

具塞比色管:25 mL。

6.11.2 试剂和溶液

6.11.2.1 96%(体积分数)乙醇。

6.11.2.2 乙酸溶液(2 mol/L):量取冰乙酸 118 mL,用水稀释至 1 000 mL。

6.11.2.3 乙酸溶液(6 mol/L):量取冰乙酸 350 mL,用水稀释至 1 000 mL。

6.11.2.4 草酸铵溶液(40 g/L):称取草酸铵 4 g,用水溶解,加水稀释至 100 mL。

6.11.2.5 钙标准溶液 I (含钙 1 g/L):称取于 105℃~110℃烘干的碳酸钙 2.5 g,加入 6 mol/L 乙酸 12 mL 溶解,加水稀释至 1 000 mL。

6.11.2.6 钙标准溶液Ⅱ(含钙 0.01 g/L):吸取钙标准溶液 I 1 mL,加水稀释至 100 mL。

6.11.2.7 钙的乙醇标准溶液(含钙 0.1 g/L):吸取钙标准溶液 I 10 mL,加 96%(体积分数)乙醇溶液

稀释至 100 mL。

6.11.2.8 试样溶液:称取柠檬酸 0.50 g,加水溶解至 15 mL。

6.11.3 分析步骤

吸取钙的乙醇标准溶液(6.11.2.7)0.20 mL 和草酸铵溶液(6.11.2.4)1 mL 于比色管中,1 min 后加入乙酸溶液(6.11.2.2)1 mL 和试样溶液 15 mL,摇匀,放置 15 min 后与下述方法制备的标准管目视比浊,其乳白度不得超过标准管。

标准管的制备:吸取草酸铵溶液(6.11.2.4)1 mL 和钙标准溶液Ⅱ(6.11.2.6)10 mL,加入乙酸溶液(6.11.2.2)1 mL 和水 5 mL 摇匀。

6.12 铁

6.12.1 仪器

具塞比色管:50 mL。

6.12.2 试剂和溶液

6.12.2.1 盐酸溶液(6 mol/L):按 GB/T 601 配制。

6.12.2.2 过硫酸铵溶液(10 g/L):称取过硫酸铵 1 g,用水溶解,加水稀释至 100 mL。

6.12.2.3 硫氰酸铵溶液(80 g/L):称取硫氰酸铵 8 g,用水溶解,加水稀释至 100 mL。

6.12.2.4 正丁醇。

6.12.2.5 铁标准溶液Ⅰ(含铁 0.1 g/L):按 GB/T 602 配制。

6.12.2.6 铁标准溶液Ⅱ(含铁 0.01 g/L):吸取铁标准溶液Ⅰ 10 mL,加水稀释至 100 mL。

6.12.3 试验步骤

称取试样 2 g(精确至 0.01 g),加水 10 mL 溶解,再加盐酸溶液(6.12.2.1)3 mL、过硫酸铵(6.12.2.2)3 mL 和硫氰酸铵溶液(6.12.2.3)3 mL,然后加水稀释至 25 mL,摇匀,加入正丁醇(6.12.2.4)20 mL,振摇分层,与按下述方法制备的标准管进行目视比色,其样品管醇层颜色不得深于标准管。

标准管的制备:吸取铁标准溶液Ⅱ(6.12.2.6)1 mL,与试样管同时同样处理。

6.13 砷盐

按 GB/T 5009.11—2003 中的第二法测定。

6.14 重金属

6.14.1 仪器

具塞比色管:50 mL。

6.14.2 试剂和溶液

6.14.2.1 稀乙酸:吸取冰乙酸 6 mL,加水稀释至 100 mL。

6.14.2.2 氨水。

6.14.2.3 酚酞指示剂:按 GB/T 603 配制。

6.14.2.4 饱和硫化氢水溶液:按 GB/T 603 配制。

6.14.2.5 铅标准溶液Ⅰ(含铅 0.1 g/L):按 GB/T 602 配制。

6.14.2.6 铅标准溶液Ⅱ(含铅 0.01 g/L):吸取铅标准溶液Ⅰ 10 mL,加水稀释至 100 mL。

6.14.3 分析步骤

称取试样 4 g(精确至 0.01 g)于一支 50 mL 具塞比色管中,用适量水溶解,加酚酞指示液 2 滴,以氨水(6.14.2.2)中和至微红色,加稀乙酸(6.14.2.1)2 mL,然后再加水稀释至 25 mL。此试样管和按下述方法制备的标准管同时加入饱和硫化氢水溶液(6.14.2.4)10 mL,摇匀,在暗处放置 10 min,进行目视比色,其试样管颜色不得深于标准管。

标准管的制备:吸取铅标准溶液Ⅱ(6.14.2.6)2.0 mL 于一支 50 mL 具塞比色管中,加入稀乙酸(6.14.2.1)2 mL,加水稀释至 25 mL,与试样管同时作同样处理。

6.15 水不溶物

6.15.1 仪器

6.15.1.1 锥形瓶:1 000 mL。

6.15.1.2 真空抽滤装置:φ50 mm 抽滤装置。

6.15.1.3 滤膜:孔径 0.2 μm。

6.15.1.4 滤膜:孔径 0.8 μm。

6.15.2 试剂和溶液

水:通过 0.2 μm 滤膜过滤的水。

6.15.3 试验步骤

称取试样(优级 250 g 样品,一级 50 g),搅拌溶解于 400 mL 水中,用直径 50 mm、孔径 0.8 μm 的滤膜真空抽滤,真空度不低于 0.09 MPa,用 100 mL 水冲洗抽滤杯内壁及容器,抽滤结束,观察滤膜颜色及杂质状况,记录结果,整个操作过程应在洁净环境中(空气洁净度为 10 万级以上,参照 GB 50073—2001)进行,过滤时间不得超过 1 min。

7 检验规则

7.1 组批

同工艺、在一定时间间隔内,连续生产的均质产品为一批。

7.2 取样

7.2.1 按表 2 抽取样本。

表 2 抽样表

批量范围/袋	样本大小/袋
≤25	3
26~150	8
151~500	13
>500	20

7.2.2 将取样钎插入每个样本 5/6 处,抽取不少于 100 g 样品,每批抽取总样品量不少于 1 kg。将抽取的样品迅速混匀,用四分法缩分后,分别装入两个干燥、洁净的容器中,贴上标签。一份进行理化分析,另一份留存备查。

7.3 出厂检验

7.3.1 产品出厂前,按本标准规定逐批进行检验。

7.3.2 出厂检验项目:含量、透光率、水分、易炭化物、氯化物、硫酸盐、草酸盐、钙盐、铁、水不溶物。

7.4 型式检验

7.4.1 型式检验项目:除出厂检验项目外,还有鉴别试验、硫酸灰分、砷盐、重金属。

7.4.2 产品一般情况下,型式检验每三个月一次,遇有下列情况之一时按本标准进行全项检验:

- 正常生产时,至少每年对产品检验一次;
- 正常生产时,如原料、配方或工艺有较大改变,可能影响产品质量时;
- 产品长期停产,又恢复生产时;
- 出厂检验结果与平常记录有较大差别时;
- 国家质量监督部门提出要求时。

7.5 判定规则

7.5.1 当检验结果中,有一项检验项目不合格时,应重新自同批产品中抽取两倍量样本进行复验,以复

验结果为准。如有一项不合格,则判整批为不合格品。

7.5.2 若复验结果不符合标签上标注的“优级”或“一级”理化指标要求,但符合下一级别要求时,则按下一级别要求判定。

7.5.3 当供需双方对产品质量发生异议时,由双方协商选定仲裁单位,按本标准进行复验。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 标志

产品的外包装上应有明显的标志。标志内容应包括产品名称、厂名、厂址、等级、净含量、生产日期、批号、执行标准号等。

产品的外包装标志应符合 GB/T 191 要求。

8.2 包装

8.2.1 产品内包装材料应符合食品包装材料的卫生要求。

8.2.2 包装要求:内包装封口严密,不得透气,外包装不得受到污染。

8.3 运输和贮存

8.3.1 产品在运输过程中应轻拿轻放,严防污染、雨淋和曝晒。

8.3.2 运输工具必须清洁、无毒、无污染。严禁与有毒、有害、有腐蚀性的物质混装混运。

8.3.3 产品贮存在阴凉、干燥、通风无污染的环境下,不应露天堆放。最佳贮存温度 30℃、相对湿度 50%以下保存。