ICS 67.180.20
CCS X 69

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 5633.9—202X

氨基酸、氨基酸盐及其类似物 第9部分：L-脯氨酸

Amino acids、their salts and analogues—
Part 9：L-Proline

（报批稿）

202X－XX－XX 发布　　202X－XX－XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部　　发 布

工业和信息化部标准报批公示

前　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则　第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是QB/T 5633《氨基酸、氨基酸盐及其类似物》的第9部分。QB/T 5633已经发布了以下部分：

——第 1 部分：支链氨基酸（L-亮氨酸、L-异亮氨酸、L-缬氨酸）；

——第 2 部分：L-谷氨酰胺；

——第 3 部分：L-苏氨酸；

——第 4 部分：L-色氨酸；

——第 5 部分：L-精氨酸及 L-盐酸精氨酸；

——第 6 部分：三甲基甘氨酸及其盐酸盐；

——第 7 部分：γ-氨基丁酸；

——第 9 部分：L-脯氨酸；

——第 11 部分：L-茶氨酸；

——第 12 部分：L-苯丙氨酸。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国食品工业标准化技术委员会（SAC/TC 64）归口。

本文件起草单位：江苏金维氨生物工程有限公司、梅花生物科技集团股份有限公司、安徽丰原发酵技术工程研究有限公司、天工生物科技（天津）有限公司、山东省食品药品检验研究院、中轻食品工业管理中心、中国生物发酵产业协会、武汉远大弘元股份有限公司、宁夏伊品生物科技股份有限公司、天津科技大学、吉林大学。

本文件主要起草人：关丹、徐凤鸣、陈彩霞、纪传侠、田洪芸、杨晓明、张婧、刘哲、刘元涛、赵春光、邢盼盼、陈宁、王健。

本文件为首次发布。

工业和信息化部标准报批公示

引　言

氨基酸类产品主要包括：氨基酸、氨基酸盐、氨基酸类似物及其氨基酸制品，氨基酸、氨基酸盐及其类似物为单体原料或前体物质，广泛应用于食品、医药、饲料、日化、农业、化工等领域。我国是世界第一大氨基酸类产品生产国，但相关标准存在一定缺失。因此，加快我国氨基酸产业标准体系建设工作，完善相关产品标准，是促进产业标准化目标和效益的实现、提升技术水平、增强国际竞争力的重要手段。

考虑到产品的差异性，将QB/T 5633拆分成若干部分，旨在满足不同品类氨基酸、氨基酸盐及其类似物的品质控制要求。QB/T 5633拟由以下部分构成：

——第 1 部分：支链氨基酸（L-亮氨酸、L-异亮氨酸、L-缬氨酸）；
——第 2 部分：L-谷氨酰胺；
——第 3 部分：L-苏氨酸；
——第 4 部分：L-色氨酸；
——第 5 部分：L-精氨酸及 L-盐酸精氨酸；
——第 6 部分：三甲基甘氨酸及其盐酸盐；
——第 7 部分：γ-氨基丁酸；
——第 8 部分：L-丝氨酸；
——第 9 部分：L-脯氨酸；
——第 10 部分：L-半胱氨酸；
——第 11 部分：L-茶氨酸；
——第 12 部分：L-苯丙氨酸；
——第 13 部分：β-丙氨酸；
——第 14 部分：L-谷氨酸；
——第 15 部分：L-盐酸鸟氨酸；
——第 16 部分：L-瓜氨酸；
——第 17 部分：L-赖氨酸及其醋酸盐；
——第 18 部分：L-组氨酸及其盐酸盐；
——第 19 部分：L-赖氨酸-L-谷氨酸；
——第 20 部分：L-赖氨酸-L-天冬氨酸；
——第 21 部分：L-精氨酸-天冬氨酸；
——第 22 部分：5-羟基色氨酸；
——第 23 部分：羟脯氨酸；
——第 24 部分：四氢甲基嘧啶羧酸；
——第 25 部分：蒜氨酸；
——第 26 部分：麦角硫因；
——第 27 部分：N-乙酰-L-半胱氨酸；
——第 28 部分：L-丙氨酰-L-谷氨酰胺。

工业和信息化部标准报批公示

氨基酸、氨基酸盐及其类似物
第9部分：L-脯氨酸

1 范围

本文件规定了L-脯氨酸的感官要求、理化指标、安全指标，描述了相应的试验方法，规定了检验规则和标志、标签、包装、运输、贮存，给出了化学名称、分子式、结构简式和相对分子质量的信息。

本文件适用于以淀粉质或糖类等为原料，经发酵法生产的，用于食品加工用的L-脯氨酸的生产、检验和销售。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 191 包装储运图示标志
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 613 化学试剂 比旋光本领（比旋光度）测定通用方法
GB 4789.2 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定
GB 4789.3 食品安全国家标准 食品微生物学检验 大肠菌群计数
GB 4789.4 食品安全国家标准 食品微生物学检验 沙门氏菌检验
GB 4789.10 食品安全国家标准 食品微生物学检验 金黄色葡萄球菌检验
GB 4789.15 食品安全国家标准 食品微生物学检验 霉菌和酵母计数
GB 5009.11 食品安全国家标准 食品中总砷及无机砷的测定
GB 5009.12 食品安全国家标准 食品中铅的测定
GB 5009.74 食品安全国家标准 食品添加剂中重金属限量试验
GB 5009.75 食品安全国家标准 食品添加剂中铅的测定
GB 5009.76 食品安全国家标准 食品添加剂中砷的测定
GB/T 6040 红外光谱分析方法通则
GB/T 6284 化工产品中水分测定的通用方法 干燥减量法
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
GB 7718 食品安全国家标准 预包装食品标签通则
GB/T 9724 化学试剂 pH值测定通则
GB 29924 食品安全国家标准 食品添加剂标识通则
《药品红外光谱集》第三卷（2005）

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 化学名称、分子式、结构简式和相对分子质量

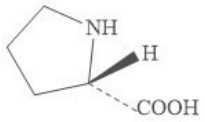
4.1 化学名称

L-吡咯烷-2-羧酸

4.2 分子式

$C_5H_9NO_2$

4.3 结构简式



4.4 相对分子质量

115.13

注：按2022年国际相对原子质量。

5 技术要求

5.1 感官要求

应符合表1要求。

表 1 感官要求

项 目	要 求
色 泽	白 色
状 态	结晶或结晶性粉末
气 味	本品特有气味
杂 质	无正常视力可见的外来杂质

5.2 理化指标

应符合表2要求。

表 2 理化指标

项 目	指 标
鉴别	试样的红外光吸收谱图应与《药品红外光谱集》第三卷（2005）1041 谱图一致
含量（以干基计）/（%）	99.0～101.0
比旋光度α_m（20 ℃, D）/（°）·$dm^2 \cdot kg^{-1}$	−84.5～−86.0
pH（10%水溶液）	5.9～6.9
透光率/(%) ≥	98.0

表2　理化指标（续）

项 目		指 标
干燥减量/（%）	≤	0.3
灼烧残渣/（%）	≤	0.1
氯化物（以Cl计）/（%）	≤	0.02
硫酸盐（以SO_4计）/（%）	≤	0.02
铵盐（以NH_4计）/（%）	≤	0.02
铁盐（以Fe计）/（mg/kg）	≤	10
其他氨基酸/（%）	≤	0.5

5.3　安全指标

应符合表3要求。

表 3　安全指标

项 目		指 标	
		一级	二级
重金属（以Pb计）/（mg/kg）	≤	5	10
铅（Pb）/（mg/kg）	≤	0.3	0.5
总砷（以 As 计）/（mg/kg）	≤	0.2	0.5
阪崎肠杆菌/（/100 g）		0	—
菌落总数/（CFU/g）	≤	1000	
霉菌和酵母/（CFU/g）	≤	50	
大肠菌群/（CFU/g）	≤	10	
金黄色葡萄球菌/（/25 g）		0	
沙门氏菌/（/25 g）		0	
注：表中“0/25 g”代表“不应检出每25 g”。			

6　试验方法

6.1　一般规定

本文件所用试剂在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液及其他试剂，应按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的规定制备。除非另有规定，试验用水均为GB/T 6682规定的三级水。

6.2　感官

取适量试样，置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，观察其色泽与状态，嗅其气味，观察有无外来杂质。

6.3　鉴别

按照 GB/T 6040 压片法，称取试样 1 mg～2 mg，加干燥的溴化钾约 200 mg，充分研磨混匀，压片，扫描并记录红外光吸收谱图，与《药品红外光谱集》第三卷（2005）对应谱图比对。

6.4 含量

按照附录A中A.1进行测定。

6.5 比旋光度

按照GB/T 613，称取试样4.0 g（精确至0.000 1 g），加水溶解并定容至100 mL，摇匀后进行测定，以干基进行计算。

6.6 pH

按照GB/T 9724，称取试样5.0 g（精确至0.01 g），加水溶解并定容至50 mL，摇匀后进行测定。

6.7 透光率

按照附录A中A.2进行测定。

6.8 干燥减量

按照GB/T 6284，称取试样2.0 g（精确至0.000 1 g），干燥时间为3 h。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应大于算术平均值的10%。

6.9 灼烧残渣

按照附录A中A.3进行测定。

6.10 氯化物

按照附录A中A.4进行测定。

6.11 硫酸盐

按照附录A中A.5进行测定。

6.12 铵盐

按照附录A中A.6进行测定。

6.13 铁盐

按照附录A中A.7进行测定。

6.14 其他氨基酸

按照附录A中A.8进行测定。

6.15 重金属

按照GB 5009.74（仲裁法，湿法消解处理试样）或按照附录A中A.9进行测定。

6.16 铅

按照GB 5009.12或GB 5009.75进行测定。

6.17 总砷

按照GB 5009.11或GB 5009.76进行测定。

6.18 菌落总数

按照GB 4789.2进行测定。

6.19 霉菌和酵母

按照GB 4789.15平板计数法进行测定。

6.20 大肠菌群

按照GB 4789.3平板计数法进行测定。

6.21 金黄色葡萄球菌

按照GB 4789.10定性检验法进行测定。

6.22 沙门氏菌

按照GB 4789.4进行测定。

6.23 阪崎肠杆菌

按照GB 4789.40定性检验法进行测定。

7 检验规则

7.1 组批

同原料、同配方、同工艺生产的，符合质量要求的，同一品种的质量均一的产品为一批。

7.2 抽样

试样的抽取应使用清洁、干燥的取样工具，等量取样。一般取样量为全检量的3倍，不应少于500 g，如有特殊需求，根据实际情况加大取样量。将抽取的样品混匀，通过四分法分样。

7.3 检验分类

检验分出厂检验和型式检验。

7.4 出厂检验

7.4.1 每批产品应经企业质检部门按本文件检验合格并附合格证后方可出厂。

7.4.2 出厂检验项目为：感官、含量、比旋光度、pH、透光率、干燥减量、灼烧残渣、氯化物、其他氨基酸、菌落总数、霉菌和酵母。

7.5 型式检验

7.5.1 检验项目为本文件要求中规定的全部项目。一般情况下，型式检验半年进行一次。

7.5.2 有下列情况之一时，亦应进行型式检验：

——原辅材料有较大变化时；

——更改关键工艺或设备时；

——新试制的产品或正常生产的产品停产 3 个月后，重新恢复生产时；

——出厂检验与上次型式检验结果有较大差异时；

——国家市场监督机构按有关规定需要抽检时。

7.6 判定规则

7.6.1 样品经检验，所有项目全部合格，则判定该批产品为合格品。
7.6.2 感官要求和理化指标有 2 项或 2 项以下不合格，则应重新自该批产品中加倍取样复验，以复验结果为准。
7.6.3 微生物指标有 1 项不合格，则判定该批产品为不合格，不应复验。
7.6.4 技术要求中有 2 项以上不合格，则判定该批产品为不合格，不应复验。

8 标志、标签、包装、运输、贮存

8.1 标志、标签

8.1.1 销售包装标签应符合 GB 7718 或 GB 29924 的规定。
8.1.2 包装储运图示应符合 GB/T 191 的规定。

8.2 包装

8.2.1 包装材料应符合相应的国家标准或行业标准的规定。
8.2.2 包装物和容器应整洁、卫生、无破损。

8.3 运输

运输工具应清洁卫生，不应与有毒、有害、有腐蚀性、有异味的物品混装、混运，运输过程中应有遮盖物，避免受潮、暴晒。

8.4 贮存

产品应在清洁、阴凉、干燥、通风、避光、无虫害的仓库内贮存，产品密封贮存，远离有毒有害物品，不应与有异味物品混贮。

工业和信息化部标准报批公示

附 录 A
（规范性）
检测方法

警示：使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

A.1 含量

A.1.1 试剂和材料

A.1.1.1 无水乙酸。

A.1.1.2 高氯酸标准滴定溶液：c（$HClO_4$）=0.1 mol/L。

A.1.2 仪器和设备

A.1.2.1 电位滴定仪：配非水相电极。

A.1.2.2 分析天平：感量为 0.000 1 g。

A.1.3 分析步骤

称取试样0.20 g（精确至0.000 1 g），置于干燥的烧杯或锥形瓶中，加入无水乙酸50 mL完全溶解，采用电位滴定仪用高氯酸标准滴定溶液滴定至终点。按与试样相同的测定步骤，进行空白试验。

A.1.4 结果计算

L-脯氨酸的含量（以干基计）以质量分数ω_1计，用百分数（%）表示，按式（A.1）计算：

$$\omega_1=\frac{(v-v_0)\times M\times c}{m_1\times(1-w)\times 1\,000}\times 100\% \quad \text{（A.1）}$$

式中：

v ——试样溶液消耗高氯酸标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

v_0 ——空白溶液消耗高氯酸标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

M ——L-脯氨酸的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）（M=115.13）；

c ——高氯酸标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

m_1 ——试样的质量，单位为克（g）；

w ——试样的干燥减量，用百分数表示（%）；

1 000 ——换算系数。

A.1.5 精密度

试验结果以平行测定结果的算术平均值表示。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应大于算术平均值的0.3%。

A.2 透光率

A.2.1 仪器和设备

A.2.1.1 分光光度计。

A.2.1.2 分析天平：感量为 0.01 g。

A.2.2　分析步骤

称取试样1.0 g（精确至0.01 g），加水溶解并定容至10 mL，摇匀。用1 cm比色皿，以水为空白对照，于波长430 nm处测定试样溶液的透光率。试验结果以平行测定结果的算术平均值表示。

A.2.3　精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不大于算术平均值的0.5%。

A.3　灼烧残渣

A.3.1　试剂和材料

浓硫酸。

A.3.2　仪器和设备

A.3.2.1　石英坩埚或瓷坩埚。
A.3.2.2　高温炉：600 ℃。
A.3.2.3　干燥器（内有干燥剂）。
A.3.2.4　分析天平：感量为 0.000 1 g。

A.3.3　分析步骤

称取试样 1.0 g，置于已灼烧至恒重的坩埚中，称量（精确至 0.000 1 g），缓缓灼烧至完全炭化，冷却至室温。于坩埚中滴加浓硫酸 1 mL 使试样湿润，低温加热至硫酸蒸气逸尽。在 600 ℃灼烧使完全灰化，移至干燥器内，冷却至室温，称量（精确至 0.000 1 g）。再在 600 ℃灼烧至恒重，即得。重复灼烧至前后两次称量相差不超过 0.3 mg 为恒重。

A.3.4　结果计算

灼烧残渣的质量分数以ω_2计，用百分数（%）表示，按式（A.2）计算：

$$\omega_2=\frac{m_3-m_2}{m_4-m_2}\times 100\% \qquad \text{（A.2）}$$

式中：

m_3 ——灼烧至恒重的坩埚和灼烧至恒重的试样的质量总和，单位为克（g）；
m_2 ——灼烧至恒重的坩埚的质量，单位为克（g）；
m_4 ——灼烧至恒重的坩埚和初始称取试样的质量总和，单位为克（g）。

A.3.5　精密度

试验结果以平行测定结果的算术平均值表示。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应大于算术平均值的10%。

A.4　氯化物

A.4.1　试剂和材料

A.4.1.1　硝酸。
A.4.1.2　硝酸溶液：量取硝酸 105 mL，加水稀释至 1 000 mL。
A.4.1.3　硝酸银溶液：17 g/L。
A.4.1.4　氯化物（Cl）标准溶液（0.01 mg/mL）：称取（550±50）℃灼烧至恒重的氯化钠 0.165 g（精

确至 0.000 1 g），加水溶解并定容至 1 000 mL，作为储备液。临用前，准确移取储备液 10 mL，加水稀释并定容至 100 mL。

A.4.2　仪器和设备

A.4.2.1　纳氏比色管。
A.4.2.2　分析天平：感量为 0.01 g、0.000 1g。

A.4.3　分析步骤

A.4.3.1　试样溶液的制备

称取试样 0.25 g（精确至 0.01 g），置于 50 mL 纳氏比色管中，加水 25 mL 溶解后加硝酸溶液 10 mL，加水至约 40 mL，摇匀。

A.4.3.2　对照溶液的制备

准确移取氯化物标准溶液 5.0 mL，按试样溶液的制备方法制备。

A.4.3.3　测定

在试样溶液和标准对照溶液中分别加入硝酸银溶液 1 mL，加水稀释至约 50 mL，摇匀，避光放置 5 min。将试样溶液管和对照溶液管置于同一黑色背景上，从比色管上方向下观察，比较所产生的浊度。

A.4.4　结果判定

试样溶液的浊度不应大于对照溶液的浊度。

A.5　硫酸盐

A.5.1　试剂和材料

A.5.1.1　盐酸。
A.5.1.2　无水氯化钡。
A.5.1.3　盐酸溶液：量取盐酸 234 mL，加水稀释并定容至 1 000 mL。
A.5.1.4　氯化钡溶液（25%）：称取无水氯化钡 25 g，加水溶解并定容至 100 mL。
A.5.1.5　硫酸盐（SO_4）标准溶液：0.1 mg/mL。

A.5.2　仪器和设备

A.5.2.1　纳氏比色管。
A.5.2.2　分析天平：感量为 0.01 g、0.000 1 g。

A.5.3　分析步骤

A.5.3.1　试样溶液的制备

称取试样1.0 g（精确至0.01 g），置于50 mL纳氏比色管中，加水约40 mL和盐酸溶液2 mL，摇匀。

A.5.3.2　对照溶液的制备

准确移取硫酸盐标准溶液2.0 mL，按试样溶液的制备方法制备。

A.5.3.3　测定

在试样溶液管与对照溶液管中分别加入氯化钡溶液5 mL，并加水至50 mL，摇匀，放置10 min。将试样溶液管与对照溶液管置于同一黑色背景上，从比色管上方向下观察，比较所产生的浊度。

A.5.4 结果判定

试样溶液的浊度不应大于对照溶液的浊度。

A.6 铵盐

A.6.1 试剂和材料

A.6.1.1 盐酸。
A.6.1.2 二氯化汞。
A.6.1.3 氢氧化钠。
A.6.1.4 碘化钾。
A.6.1.5 氯化铵。
A.6.1.6 氧化镁。
A.6.1.7 氢氧化钾。
A.6.1.8 无氨蒸馏水。
A.6.1.9 盐酸溶液：量取盐酸 234 mL，加水稀释并定容至 1 000 mL。
A.6.1.10 二氯化汞的饱和水溶液：称取二氯化汞约 6.5 g，加水 100 mL，充分搅拌，静置后观察溶液中有少量晶体。
A.6.1.11 氢氧化钠溶液：取氢氧化钠 4.3 g，加水溶解并稀释至 100 mL。
A.6.1.12 碱性碘化汞钾：取碘化钾 10.0 g，加水 10 mL 溶解后，缓缓加入二氯化汞的饱和水溶液，随加边搅拌，至生成的红色沉淀不再溶解，加氢氧化钾 30 g，溶解后，再加二氯化汞的饱和水溶液 1 mL 或 1 mL 以上，并加水稀释至 200 mL，静置，使沉淀。用时取上层澄清液。
A.6.1.13 铵（NH_4）标准溶液（0.01 mg/mL）：称取 105 ℃～110 ℃干燥至恒重的氯化铵 0.0297 g，加水溶解并定容至 1 000 mL。

A.6.2 仪器和设备

A.6.2.1 蒸馏瓶。
A.6.2.2 纳氏比色管。
A.6.2.3 分析天平：感量为 0.01 g、0.000 1 g。

A.6.3 分析步骤

A.6.3.1 试样溶液的制备

称取试样0.10 g（精确至0.01 g），置于蒸馏瓶中，加无氨蒸馏水200 mL、氧化镁1 g，加热蒸馏，馏出液导入加有盐酸溶液1滴和无氨蒸馏水5 mL的50 mL纳氏比色管中，待馏出液达40 mL时，停止蒸馏。向纳氏比色管中加氢氧化钠溶液5滴，加无氨蒸馏水至50 mL。

A.6.3.2 对照溶液的制备

准确移取铵标准溶液2.0 mL，按试样溶液的制备方法制备。

A.6.3.3 测定

在试样溶液管与对照溶液管中分别加入碱性碘化汞钾溶液2 mL，摇匀，放置15 min。将试样溶液管与对照溶液管置于同一白色背景下，观察所产生的颜色。

A.6.4 结果判定

试样溶液的颜色不应深于对照溶液。

A.7 铁盐

A.7.1 试剂和材料

A.7.1.1 盐酸。
A.7.1.2 硫酸。
A.7.1.3 过硫酸铵。
A.7.1.4 硫氰酸铵。
A.7.1.5 硫酸铁铵[$NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$]。
A.7.1.6 正丁醇。
A.7.1.7 盐酸溶液：量取盐酸 234 mL，加水稀释至 1 000 mL。
A.7.1.8 硫氰酸铵溶液（30%）：称取硫氰酸铵 30 g，加水溶解并稀释至 100 mL。
A.7.1.9 铁（Fe）标准溶液（0.01 mg/mL）：称取硫酸铁铵 0.863 g，加水 100 mL 溶解后，加硫酸 2.5 mL，并加水定容至 1 000 mL，保存于避光容器中，作为储备液。临用前，准确移取储备液 10 mL，加水稀释并定容至 100 mL。

A.7.2 仪器和设备

A.7.2.1 纳氏比色管。
A.7.2.2 分析天平：感量为 0.01 g、0.000 1 g。

A.7.3 分析步骤

A.7.3.1 试样溶液的制备

称取试样1.0 g（精确至0.01 g），置于50 mL纳氏比色管中，加水25 mL溶解，加盐酸溶液4 mL和过硫酸铵0.05 g，加水稀释至35 mL，摇匀。

A.7.3.2 对照溶液的制备

准确移取铁标准溶液1.0 mL，按试样溶液的制备方法制备。

A.7.3.3 测定

在试样溶液管与对照溶液管中分别加入硫氰酸铵溶液3 mL，并加水稀释至50 mL，摇匀。将试样溶液管与对照溶液管置于同一白色背景下，观察所产生的颜色。

A.7.4 结果判定

试样溶液的颜色不应深于对照溶液。

A.8 其他氨基酸

A.8.1 试剂和材料

A.8.1.1 丙酮。

A.8.1.2　浓氨溶液。

A.8.1.3　无水乙醇。

A.8.1.4　正丁醇。

A.8.1.5　茚三酮。

A.8.1.6　茚三酮的丙酮溶液（2%）：称取茚三酮 1 g，加丙酮溶解并稀释至 50 mL。

A.8.1.7　苏氨酸对照品：纯度≥99.0%。

A.8.1.8　脯氨酸对照品：纯度≥99.0%。

A.8.1.9　硅胶 G 薄层板。

A.8.1.10　展开剂：正丁醇∶无水乙醇∶浓氨溶液∶水=8∶8∶1∶3。

A.8.2　仪器和设备

分析天平：感量为 0.01 g、0.000 1 g。

A.8.3　分析步骤

A.8.3.1　试样溶液的制备

称取试样适量，加水溶解并稀释制成每1 mL中约含试样50 mg的溶液。

A.8.3.2　对照溶液的制备

准确移取试样溶液1.0 mL，加水稀释并定容至200 mL。

A.8.3.3　系统适用性溶液的制备

称取苏氨酸对照品与脯氨酸对照品各适量，置于同一容量瓶中，加水溶解并稀释制成每1 mL中各约含0.4 mg的溶液。

A.8.4　分析方法

吸取试样溶液、对照溶液和系统适用性溶液各5 μL，分别点于同一硅胶G薄层板上，用展开剂展开，取出晾干，喷以茚三酮的丙酮溶液，在80 ℃加热至斑点出现，立即检验。

A.8.5　结果判定

对照溶液应显示一个清晰的斑点，系统适用性溶液应显两个完全分离的斑点。试样溶液中如显杂质斑点，其颜色与对照溶液的主斑点比较，不应更深，且不应超过1个。

A.9　重金属

A.9.1　试剂和材料

A.9.1.1　盐酸。

A.9.1.2　浓氨水。

A.9.1.3　氢氧化钠。

A.9.1.4　硫代乙酰胺。

A.9.1.5　甘油。

A.9.1.6　乙酸铵。

A.9.1.7　硝酸。

A.9.1.8　硝酸铅。

A.9.1.9　盐酸溶液 I：量取盐酸 63 mL，加水稀释至 100 mL。

A.9.1.10　盐酸溶液 II：量取盐酸 18 mL，加水稀释至 100 mL。

A.9.1.11　氨水溶液：10%。

A.9.1.12　氢氧化钠溶液：c（NaOH）=1 mol/L。

A.9.1.13　硫代乙酰胺溶液：称取硫代乙酰胺 4 g，加水溶解并稀释至 100 mL，置冰箱中冷藏保存。临用前量取 1.0 mL 及混合液（由氢氧化钠溶液 15 mL、水 5.0 mL 和甘油 20 mL 组成）5.0 mL，置水浴上加热 20 s，混匀后冷却，立即使用。

A.9.1.14　乙酸盐缓冲液（pH 3.5）：称取乙酸铵 25 g，加水 25 mL 溶解，加盐酸溶液 I 38 mL，用盐酸溶液 II 或氨水溶液准确调节 pH 至 3.5（电位法指示），加水稀释至 100 mL。

A.9.1.15　铅（Pb）标准溶液（0.01 mg/mL）：称取硝酸铅 0.1599 g，加硝酸 5 mL 和水 50 mL 溶解后，加水稀释并定容至 1000 mL，摇匀，作为储备液。准确移取储备液 10 mL，加水稀释并定容至 100 mL 摇匀。仅供当日使用，配制与储存用的玻璃容器均不应含铅。

A.9.2　仪器和设备

A.9.2.1　纳氏比色管。

A.9.2.2　水浴锅。

A.9.2.3　分析天平：感量为 0.01 g、0.000 1 g。

A.9.3　分析步骤

A.9.3.1　试样溶液的制备

称取试样1.0 g，加水23 mL溶解后，加乙酸盐缓冲液2 mL。

A.9.3.2　对照溶液I的制备

一级产品加铅标准溶液0.50 mL，二级产品加铅标准溶液1.00 mL，再加乙酸盐缓冲液2 mL，加水稀释至25 mL。

A.9.3.3　对照溶液II的制备

称取试样1.0 g，加适量水溶解后，一级加铅标准溶液0.50 mL，二级加铅标准溶液1.00 mL，再加乙酸盐缓冲液2 mL后，加水稀释至25 mL。

A.9.3.4　测定

在试样溶液、对照溶液I和对照溶液II中分别加硫代乙酰胺试液各2 mL，摇匀，放置2 min后，置于同一白色背景上，从比色管上方向下观察，比较所产生的颜色。

A.9.4　结果判定

当对照溶液II中显出的颜色不浅于对照溶液I时，试样溶液的颜色不应深于对照溶液I。