

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 5633.24—XXXX

氨基酸、氨基酸盐及其类似物 第24部分：  
四氢甲基嘧啶羧酸

Amino acids, their salts and analogues—Part 24: Thermomethylpyrimidine  
Carboxylic Acid

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

## 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24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： $\gamma$ -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： $\beta$ -丙氨酸；
- 第14部分：L-谷氨酸；
- 第15部分：L-盐酸鸟氨酸；
- 第24部分：四氢甲基嘧啶羧。

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：。

本文件为首次发布。

## 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： $\gamma$ -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： $\beta$ -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；
- 第29部分：硫酸胍基丁胺；
- 第30部分： $\gamma$ -聚谷氨酸；
- 第31部分：5-氨基乙酰丙酸盐；
- 第32部分：L-瓜氨酸-DL-苹果酸；
- 第33部分：肌酸。

# 氨基酸、氨基酸盐及其类似物 第 24 部分：四氢甲基嘧啶羧酸

## 1 范围

本文件规定了四氢甲基嘧啶羧酸的感官要求、理化指标、污染物限量和微生物限量，描述了相应的试验方法，规定了检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存的内容，同时给出了CAS编号、化学名称、别称、分子式、结构简式、相对分子质量和产品分类的信息。

本文件适用于以淀粉质或糖类为原料，经发酵法生产的四氢甲基嘧啶羧酸的生产、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 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/T 9724 化学试剂 pH值测定通则
- 《化妆品安全技术规范》（国家食品药品监督管理总局）

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 CAS 编号、化学名称、别称、分子式、结构简式和相对分子质量

### 4.1 CAS 编号

96702-03-3

## 4.2 化学名称

1, 4, 5, 6-四氢-2-甲基-4-嘧啶羧酸

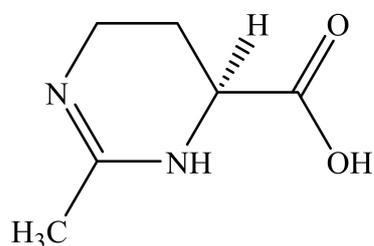
## 4.3 别称

依克多因 (Ectoïne)

## 4.4 分子式

 $C_6H_{10}N_2O_2$ 

## 4.5 结构简式



## 4.6 相对分子质量

142.16

注：按2022年国际相对原子质量。

## 5 产品分类

按照产品不同质量规格要求，将产品分为三个等级：一级、二级和三级。一级宜应用于食品、药品领域等；二级宜应用于日化领域；三级宜应用于农业领域。

## 6 技术要求

## 6.1 感官要求

应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	要 求
色泽	白色或类白色
状态	结晶或结晶性粉末
气味	具有本品特有气味，无异味
杂质	无正常视力可见的外来杂质
注：三级无感官要求。	

## 6.2 理化指标

应符合表2的规定。

表 2 理化指标

项 目	指 标			
	一级	二级	三级	
			固体	液体
鉴别	试样溶液高效液相色谱图中主峰的保留时间应与对照溶液高效液相色谱图中主峰的保留时间基本一致			-
含量/% $\geq$	98.5	98.0	25.0	5.0
比旋光度 $\alpha_m$ (20 °C, D) / [ (°) · dm <sup>2</sup> · kg <sup>-1</sup> ]	+139.0~+145.0	+139.0~+145.0	-	-
pH	6.0~8.0	6.0~8.0	5.0~8.0	5.0~8.0
透光率/% $\geq$	98.0	98.0	-	-
干燥减量/% $\leq$	0.5	1.0	-	-
灼烧残渣/% $\leq$	0.1	0.1	10.0	-
氯化物 (以Cl计) / % $\leq$	0.02	0.02	-	-
硫酸盐 (以SO <sub>4</sub> 计) / % $\leq$	0.02	-	-	-
铵盐 (以NH <sub>4</sub> 计) / % $\leq$	0.02	-	-	-
铁盐 (以Fe计) / (mg/kg) $\leq$	5	10	-	-
其他氨基酸	通过试验	-	-	-

### 6.3 污染物限量

应符合表3的规定。

表 3 污染物限量

单位为毫克每千克

项 目	指 标		
	一级	二级	三级
重金属 (以Pb计) $\leq$	5	10	-
铅 (Pb) $\leq$	0.3	2.0	-
总砷 (以As计) $\leq$	0.2	1.0	-

### 6.4 微生物限量

应符合表4的规定。

表 4 微生物限量

项 目	指 标		
	一级	二级	三级
菌落总数 / (CFU/g) $\leq$	1 000	1 000	-
霉菌和酵母 / (CFU/g) $\leq$	50	50	-
大肠菌群 / (CFU/g) $\leq$	10	-	-
金黄色葡萄球菌 / (/25 g)	不应检出	不应检出	-

表4 微生物限量（续）

项 目	指 标		
	一级	二级	三级
沙门氏菌/（/25 g）	不应检出	-	-
铜绿假单胞菌/（/g）	-	不应检出	-
耐热大肠菌群（/g）	-	不应检出	-

## 7 试验方法

### 7.1 通用要求

本标准所用试剂和水，在未注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，在未注明其他要求时，均按GB/T 601、GB/T 602和GB/T 603的规定制备。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时，均指水溶液。

### 7.2 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，闻其气味，观察有无外来杂质。

### 7.3 鉴别

按照附录A中A.1进行测定。

### 7.4 含量

按照附录A中A.1进行测定。

### 7.5 比旋光度

按照GB/T 613，称取试样适量，精确至0.000 1 g，配制成浓度为0.02 g/mL的溶液，摇匀后进行测定，以干基进行计算。

### 7.6 pH

按照GB/T 9724，称取试样适量，精确至0.01 g，加水溶解并配制成浓度为20 g/L的溶液，摇匀后进行测定。

### 7.7 透光率

按照附录A中A.2进行测定。

### 7.8 干燥减量

按照GB/T 6284，称取试样2 g~3 g，精确至0.000 1 g，干燥时间为3 h。

### 7.9 灼烧残渣

按照附录A中A.3进行测定。

### 7.10 氯化物

按照附录A中A.4进行测定。

#### 7.11 硫酸盐

按照附录A中A.5进行测定。

#### 7.12 铵盐

按照附录A中A.6进行测定。

#### 7.13 铁盐

按照附录A中A.7进行测定。

#### 7.14 重金属

按照GB 5009.74（仲裁法）或附录A中A.8进行测定。

#### 7.15 铅

按照GB 5009.12、GB 5009.75或《化妆品安全技术规范》进行测定。

#### 7.16 总砷

按照GB 5009.11、GB 5009.76或《化妆品安全技术规范》进行测定。

#### 7.17 菌落总数

按照GB 4789.2或《化妆品安全技术规范》进行测定。

#### 7.18 霉菌和酵母

按照GB 4789.15霉菌和酵母平板计数法或《化妆品安全技术规范》进行测定。

#### 7.19 大肠菌群

按照GB 4789.3大肠菌群平板计数法进行测定。

#### 7.20 金黄色葡萄球菌

按照GB 4789.10金黄色葡萄球菌定性检验法或《化妆品安全技术规范》进行测定。

#### 7.21 沙门氏菌

按照GB 4789.4进行测定。

#### 7.22 铜绿假单胞菌

按照《化妆品安全技术规范》进行测定。

#### 7.23 耐热大肠菌群

按照《化妆品安全技术规范》进行测定。

### 8 检验规则

## 8.1 组批

同原料、同配方、同工艺生产的，同一班次或同一生产线连续生产的，质量均一的产品为一批。

## 8.2 抽样

试样的抽取应使用清洁、干燥的取样工具，微生物检测抽样过程应严格遵循无菌操作要求。等量取样，一般取样量为全检量的3倍，如有特殊需求，根据实际情况加大取样量。将抽取的试样混匀，通过四分法分样。

## 8.3 检验分类

检验分出厂检验和型式检验。

## 8.4 出厂检验

8.4.1 每批产品应经企业质检部门按本文件检验合格后方可出厂。

8.4.2 出厂检验项目为：

- 一级：感官要求、含量、比旋光度、pH、透光率、干燥减量、灼烧残渣、氯化物、硫酸盐、铁盐、铅、总砷；
- 二级：感官要求、含量、比旋光度、pH、透光率、干燥减量、灼烧残渣、铅、总砷；
- 三级：含量、pH、干燥减量。

## 8.5 型式检验

8.5.1 检验项目为本文件技术要求中规定的全部项目。

8.5.2 一般情况下，型式检验每半年进行一次。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。

## 8.6 判定规则

8.6.1 检验项目符合本文件的规定时，则判定该批产品合格。

8.6.2 感官要求、理化指标和污染物限量有1项不合格，则应重新自该批产品中加倍取样复验，以复验结果为准；有2项或2项以上不合格，则判定该批产品不合格，不应复验。

8.6.3 微生物限量有1项不合格，则判定该批产品不合格，不应复验。

## 9 标志、标签、包装、运输、贮存

### 9.1 标志、标签

9.1.1 销售包装标签应符合相应的法律法规和国家标准的规定。

9.1.2 包装储运图示应符合 GB/T 191 的规定。

### 9.2 包装

9.2.1 包装材料应符合相应的国家标准或行业标准的规定。

9.2.2 包装物和容器应整洁、卫生、无破损。

### 9.3 运输

运输工具应保持清洁，不应与有毒、有害和有污染的物品混装、混运。运输时防止挤压、暴晒、雨淋，装卸时轻搬、轻放。

### 9.4 贮存

产品应在清洁、干燥、通风、避光、无虫害的仓库内贮存，产品密封贮存，不应露天存放，不应与有毒、有害、易污染、有异味的物品混贮。

中国生物发酵产业协会

## 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 原理

试样经处理后，采用NH<sub>2</sub>色谱柱分离，紫外检测器或二极管阵列检测器检测，外标法定量。

## A.1.2 试剂和材料

A.1.2.1 水：GB/T 6682，一级水。

A.1.2.2 乙腈：色谱纯。

A.1.2.3 流动相：乙腈+水=70+30，经 0.45 μm 微孔滤膜过滤。

A.1.2.4 四氢甲基嘧啶羧酸对照品（C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>，CAS：96702-03-3）：纯度≥98.0%，或经国家认可并授予标准物质证书的标准品。

A.1.2.5 微孔滤膜：0.45 μm、0.22 μm，有机相。

## A.1.3 仪器和设备

A.1.3.1 高效液相色谱仪：配有紫外检测器或二极管阵列检测器。

A.1.3.2 电子天平：感量为 0.01 g、0.000 1 g。

## A.1.4 参考色谱条件

A.1.4.1 色谱柱：Agilent ZORBAX NH<sub>2</sub> 色谱柱，柱长 250 mm，内径 4.6 mm，粒径 5 μm，或等效色谱柱。

A.1.4.2 柱温：30 ℃。

A.1.4.3 检测波长：210 nm。

A.1.4.4 流速：1.0 mL/min。

A.1.4.5 进样量：10 μL。

## A.1.5 分析步骤

## A.1.5.1 试样溶液的制备

称取试样0.02g，精确至0.000 1 g，加70%乙腈溶解并定容至100 mL，摇匀，0.22 μm微孔滤膜过滤。

## A.1.5.2 对照溶液的制备

称取对照品0.02 g，精确至0.000 1 g，加70%乙腈溶解并定容至100 mL，摇匀，0.22 μm微孔滤膜过滤。

## A.1.5.3 测定

在A.1.4参考色谱条件下，将试样溶液和对照液进行注入液相色谱仪中，记录主峰面积。

## A.1.6 结果计算

含量以质量分数 $\omega_1$ 计，数值以百分含量（%）表示，按公式（A.1）计算：

$$\omega_1 = \frac{A_1 \times m_2 \times \omega_s}{A_2 \times m_1 \times (1-w)} \times 100\% \quad \text{..... (A.1)}$$

式中：

$A_1$  ——试样溶液中四氢甲基嘧啶羧酸峰面积的数值；

$m_2$  ——对照溶液中四氢甲基嘧啶羧酸质量的数值，单位为克（g）；

$\omega_s$  ——四氢甲基嘧啶羧酸对照品四氢甲基嘧啶羧酸纯度的数值，%；

$A_2$  ——对照溶液中四氢甲基嘧啶羧酸峰面积的数值；

$m_1$  ——试样质量的数值，单位为克（g）；

$w$  ——试样干燥减量的数值，%。

试验结果以平行测定结果的算术平均值表示，保留小数点后一位。

### A.1.7 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不应大于算术平均值的2%。

## 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 电子天平：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50 mL溶解，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不应大于算术平均值的0.2%。

## A.3 灼烧残渣

### A.3.1 试剂和材料

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。

A.3.2.3 干燥器（内有干燥剂）。

A.3.2.4 电子天平：感量为0.000 1 g。

### A.3.3 分析步骤

称取试样2 g~3 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~2 mL使试样湿润，低温加热至硫酸蒸气逸尽。在 $(550 \pm 50)^\circ\text{C}$ 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 $(550 \pm 50)^\circ\text{C}$ 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 $\omega_2$ 计，数值以百分含量（%）表示，按公式（A.2）计算：

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

式中：

$m_3$ ——灼烧至恒重的坩埚和试样的质量总和的数值，单位为克（g）；

$m_2$ ——灼烧至恒重的坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

$m_4$ ——灼烧至恒重的坩埚和灼烧前试样的质量的总和的数值，单位为克（g）。

试验结果以平行测定结果的算术平均值表示。

## A.4 氯化物

### A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 硝酸溶液：量取硝酸 105 mL，加水稀释至 1 000 mL。

A.4.1.2 硝酸银溶液：17 g/L。

A.4.1.3 氯化物标准溶液（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，作为贮备液。临用前，准确移取贮备液 10.0 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：50 mL。

A.4.2.2 电子天平：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 0.1 g，精确至 0.01 g，置于纳氏比色管中，加水 25 mL 溶解后加硝酸溶液 10 mL，加水至 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 2.0 mL，按试样溶液的制备方法制备。

#### A.4.3.3 测定

在试样溶液管和对照溶液管中分别加入硝酸银溶液 1 mL，加水稀释至 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，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 盐酸溶液：量取盐酸 234 mL，缓缓加入水中并定容至 1 000 mL。

A.5.1.2 氯化钡溶液：称取无水氯化钡 25 g，加水溶解并定容至 100 mL。

A.5.1.3 硫酸盐标准溶液：0.1 mg/mL。

## A.5.2 仪器和设备

A.5.2.1 纳氏比色管：50 mL。

A.5.2.2 电子天平：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，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 氧化镁。

A.6.1.2 硫酸溶液：量取硫酸 57 mL，缓缓加入水中并稀释至 1 000 mL。

A.6.1.3 盐酸溶液：量取盐酸 234 mL，缓缓加入水中并定容至 1 000 mL。

A.6.1.4 高锰酸钾溶液：称取高锰酸钾 3.2 g，加水 1 000 mL，煮沸 15 min，密塞，静置 2 日以上，过滤，摇匀。

A.6.1.5 氢氧化钠溶液：称取氢氧化钠 4.3 g，加水溶解并稀释至 100 mL。

A.6.1.6 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.6.1.7 碱性碘化汞钾溶液：称取碘化钾 10.0 g，加水 10 mL 溶解后，缓缓加入二氯化汞的饱和水溶液，边加边搅拌，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.6.1.8 无氨蒸馏水：量取水 1 000 mL，加硫酸溶液 1 mL 与高锰酸钾溶液 1 mL，蒸馏，即得。取本品 50 mL，加碱性碘化汞钾溶液 1 mL，不应显色。

A.6.1.9 铵标准溶液 (0.01 mg/mL)：称取 105 °C ~ 110 °C 干燥至恒重的氯化铵 0.297 g，精确至 0.000 1 g，加水溶解并定容至 1 000 mL，作为贮备液。临用前，准确移取该贮备液 10.0 mL，加水稀释并定容至 100 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：50 mL。

A. 6.2.3 电子天平：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 0.1 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上，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 过硫酸铵。

A. 7.1.2 盐酸溶液：量取盐酸 234 mL，缓缓加入水中并稀释至 1 000 mL。

A. 7.1.3 硫氰酸铵溶液：称取硫氰酸铵 30 g，加水溶解并稀释至 100 mL。

A. 7.1.4 铁标准溶液（0.01 mg/mL）：称取硫酸铁铵  $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$  0.863 g，加水溶解后，加硫酸 2.5 mL，再加水稀释并定容至 1 000 mL，保存于避光容器中，作为贮备液。临用前，准确移取该贮备液 10.0 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：50 mL。

A. 7.2.2 电子天平：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

一级称取试样 2.0 g，二级称取试样 1.0 g，置于纳氏比色管中，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的颜色。

#### A.8 其他氨基酸

##### A.8.1 试剂和材料

A.8.1.1 茛三酮的丙酮溶液：称取茛三酮 1.0 g，加丙酮溶解并稀释至 50 mL。

A.8.1.2 缬氨酸对照品：纯度 $\geq 99.0\%$ 。

A.8.1.3 亮氨酸对照品：纯度 $\geq 99.0\%$ 。

A.8.1.4 硅胶 G 薄层板。

A.8.1.5 展开剂：正丁醇+冰乙酸+水=3+1+1。

##### A.8.2 仪器和设备

A.8.2.1 加热炉。

A.8.2.2 电子天平：感量为 0.01 g、0.000 1 g。

##### A.8.3 分析步骤

###### A.8.3.1 试样溶液的配制

称取试样适量，加水溶解并制成每1 mL中约含20 mg的溶液。

###### A.8.3.2 对照溶液的配制

称取缬氨酸对照品适量，加水溶解并制成每1 mL中约含0.1 mg的溶液。

###### A.8.3.3 系统适用性溶液的配制

称取缬氨酸对照品与亮氨酸对照品各适量，置于同一容量瓶中，加水溶解并制成每1 mL中各约含0.4 mg的溶液。

##### A.8.4 测定

吸取试样溶液、对照溶液和系统适用性溶液各5  $\mu\text{L}$ ，分别点于同一硅胶G薄层板上，用展开剂展开，取出晾干，喷以茛三酮的丙酮溶液，80  $^{\circ}\text{C}$ 加热约10 min至斑点出现，立即检验。

##### A.8.5 结果判定

对照溶液应显一个清晰的斑点，系统适用性试验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2个。

#### A.9 重金属

##### A.9.1 试剂和材料

A.9.1.1 盐酸溶液 I：量取盐酸 63 mL，缓缓加入水中并稀释至 100 mL。

A.9.1.2 盐酸溶液 II：量取盐酸 18 mL，缓缓加入水中并稀释至 100 mL。

A.9.1.3 氨水溶液：量取氨水 40 mL，加水稀释至 100 mL。

A.9.1.4 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，加水稀释至 100 mL。

A.9.1.5 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，置于冰箱中保存。临用前准确移取该溶液 1.0 mL，加入混合液 (1 mol/L 氢氧化钠溶液 15 mL+水 5.0 mL+甘油 20 mL) 5.0 mL，置于水浴上加热 20 s，冷却后立即使用。

A.9.1.6 铅标准溶液 (0.01 mg/mL)：称取硝酸铅 0.159 9 g，加硝酸 5 mL 和水 50 mL 溶解后，加水稀释并定容至 1 000 mL，摇匀，作为贮备液。准确移取贮备液 10.0 mL，加水稀释并定容至 100 mL，摇匀。临用现配，配制与储存用的玻璃容器均不应含铅。或购买有证铅标准物质。

## A.9.2 仪器和设备

A.9.2.1 水浴锅。

A.9.2.2 纳氏比色管：25 mL。

A.9.2.3 电子天平：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

一级称取试样 2.0 g，二级称取试样 1.0 g，置于纳氏比色管中，加水约 22 mL 溶解后，加乙酸盐缓冲液 2 mL，加水稀释至 25 mL，摇匀。

### A.9.3.2 试样溶液阳性对照液的制备

称取试样 1.0 g，精确至 0.01 g，置于纳氏比色管中，加水约 20 mL 溶解后，准确加入铅标准溶液 1.0 mL 与乙酸盐缓冲液 2 mL 后，加水稀释至 25 mL，摇匀。

### A.9.3.3 对照溶液的制备

准确移取铅标准溶液 1.0 mL 与乙酸盐缓冲液 2 mL，置于纳氏比色管中，加水稀释至 25 mL，摇匀。

## A.9.4 测定

在以上纳氏比色管中分别加入硫代乙酰胺溶液各 2 mL，摇匀，放置 2 min，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.9.5 结果判定

当试样溶液阳性对照液颜色不浅于对照溶液颜色时，试样溶液的颜色不应深于对照溶液的颜色。