

附录 A 检验方法

A.1 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 规定的三级水。试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂和制品,在没有注明其他要求时均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

A.2 鉴别试验

A.2.1 溶解性

易溶于水,不溶于乙醇。

A.2.2 试剂和材料

A.2.2.1 硫酸溶液:5%。

A.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。

A.2.2.3 高锰酸钾溶液: $c\left(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4\right)=0.1\text{ mol/L}$ 。

A.2.2.4 盐酸溶液:5%。

A.2.2.5 吡啶-醋酐(3+1)。

A.2.2.6 柠檬酸钠试样溶液:5 g/L。

A.2.3 分析步骤

A.2.3.1 取少量试样于 25 mL 坩埚内,用直火炽灼,即缓缓分解,但不得发生焦糖臭。

A.2.3.2 取试样溶液 2 mL,加硫酸溶液数滴,加热至沸,加高锰酸钾溶液数滴,振摇,紫色即消失;再加入硫酸汞溶液 1 滴,生成白色沉淀。

A.2.3.3 取试样溶液约 5 mL,加吡啶-醋酐约 5 mL,振摇,即生成黄色到红色或紫红色的溶液。

A.2.3.4 取铂丝,用盐酸湿润后,蘸取试样,在无色火焰中燃烧,火焰显现黄色。

A.3 柠檬酸钠含量(以干物质计)的测定

A.3.1 仪器和设备

A.3.1.1 锥形瓶:150 mL。

A.3.1.2 酸式滴定管。

A.3.2 试剂和溶液

A.3.2.1 高氯酸标准滴定溶液: $c(\text{HClO}_4)=0.1\text{ mol/L}$ 。

A.3.2.2 结晶紫指示液:10 g/L。

A.3.2.3 冰乙酸。

A.3.2.4 乙酸酐。

A.3.3 分析步骤

准确称取干燥后的(105℃±2℃,2 h)柠檬酸钠 0.15 g,加冰乙酸 20 mL,加热溶解,冷却后,加入乙酸酐 10 mL,用 0.1 mol/L 的高氯酸滴定。以两滴醋酸-结晶紫为指示剂,溶液颜色由紫色经蓝色到绿色为终点。用相同方法做空白试验,做必要的修正,以干物质计算含量。

A.3.4 结果计算

柠檬酸钠含量(以干物质计)的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{c \times (V - V_0) \times 0.098\ 03}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

c ——高氯酸标准溶液的摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——试样滴定所耗高氯酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白滴定所耗高氯酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

0.098 03 ——与 1.00 mL 高氯酸[$c(\text{HClO}_4)=0.1\text{ mol/L}$]相当的以克表示的柠檬酸钠的质量;

m ——试样的质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。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超过算术平均值的 0.2%。

A.4 透光率的测定

A.4.1 仪器和设备

A.4.1.1 容量瓶:100 mL。

A.4.1.2 分光光度计。

A.4.2 分析步骤

称取 10 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 366 nm 下测定样液的透光率,记录读数。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。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.5 水分的测定

A.5.1 直接干燥法

A.5.1.1 仪器和设备

A.5.1.1.1 电热干燥箱。

A.5.1.1.2 分析天平:感量为 0.1 mg。

A.5.1.1.3 称量瓶:Φ50 mm×30 mm。

A.5.1.1.4 干燥器:变色硅胶。

A.5.1.2 分析步骤

称取 1 g(精确至 0.000 2 g)柠檬酸钠试样于已烘至恒重的称量瓶中,放入 180 °C±2 °C 电热干燥箱内烘干,称量,直至恒重。

A.5.1.3 结果计算

水分的质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

m_1 ——烘干前瓶加样品的质量,单位为克(g);

m_2 ——烘干后瓶加样品的质量,单位为克(g);

m_0 ——称量瓶的质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。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超过算术平均值的 1%。

A.5.2 卡尔·费休水分测定法

A.5.2.1 仪器和设备

微量水分测定器(卡尔·费休水分测定仪)。

A.5.2.2 试剂和材料

A.5.2.2.1 无水甲醇。

A.5.2.2.2 卡尔·费休试剂:按 GB/T 606 配制和滴定。

A.5.2.3 分析步骤

取无水甲醇 20 mL,在搅拌下用卡尔·费休试剂(A.5.2.2.2)滴定至终点,不记录读数。然后迅速加入适量的试样(柠檬酸钠 0.1 g),继续滴定至终点。

A.5.2.4 结果计算

水分的质量分数 w_3 ,按式(A.3)计算:

$$w_3 = \frac{V_1 \times T}{m_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

V_1 ——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_3 ——试样的质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。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超过算术平均值的 2%。