

## 石蜡中稠环芳烃试验法

GB 7363-87

## Paraffin wax—Determination of polynuclear aromatics

本方法适用于检验食品用石蜡中稠环芳烃，以紫外吸光度表示。

## 1 方法概要

本方法是用二甲亚砜为溶剂，抽出石蜡中芳烃，再用异辛烷反抽提出溶于二甲亚砜中的芳烃。浓缩至每毫升异辛烷中相当于含1克试样的浓度，测定其紫外吸光度。若测定值超过极限值，再用氢硼化钠处理，经氧化镁-硅藻土吸附，分离出稠环芳烃，再测定紫外吸光度。如测定值仍大于极限值，则报告未通过。无论是第一次或第二次测定值不大于极限值，可报告通过。

## 2 仪器与材料

2.1 分液漏斗：容量为250，500，1000及2000毫升；带有聚四氟乙烯塞。

2.2 容器：500毫升底部有一18/30锥形磨口，容器上部有一合适的通氮气用接头。磨口上侧须有玻璃钩（见图1）。

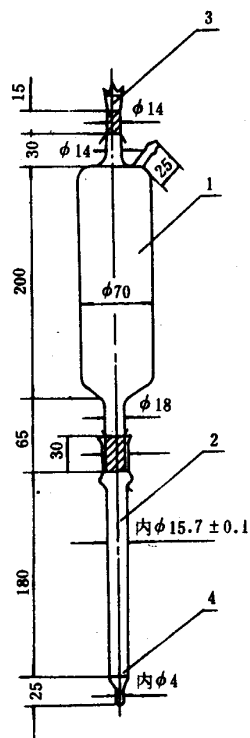


图 1

1—容器； 2—色谱柱； 3—磨口塞； 4—半融玻璃板

2.3 色谱柱:长180毫米,内径 $15.7 \pm 0.1$ 毫米,下部带有一块粗孔半融玻璃板,在上端有一18/30锥形磨口,磨口下侧须带有玻璃钩(见图1)。

2.4 垫圈片:直径为50毫米,厚约5毫米的聚四氟乙烯片,其中心有一孔,孔径恰好能与色谱柱的柱身外径一致。

2.5 加热夹套:锥形,适合500毫升分液漏斗加热用,用变压器控制。

2.6 吸滤瓶:250或500毫升滤瓶。

2.7 冷凝器:带有接头,与任意长度的干燥管相连接(见图2)。

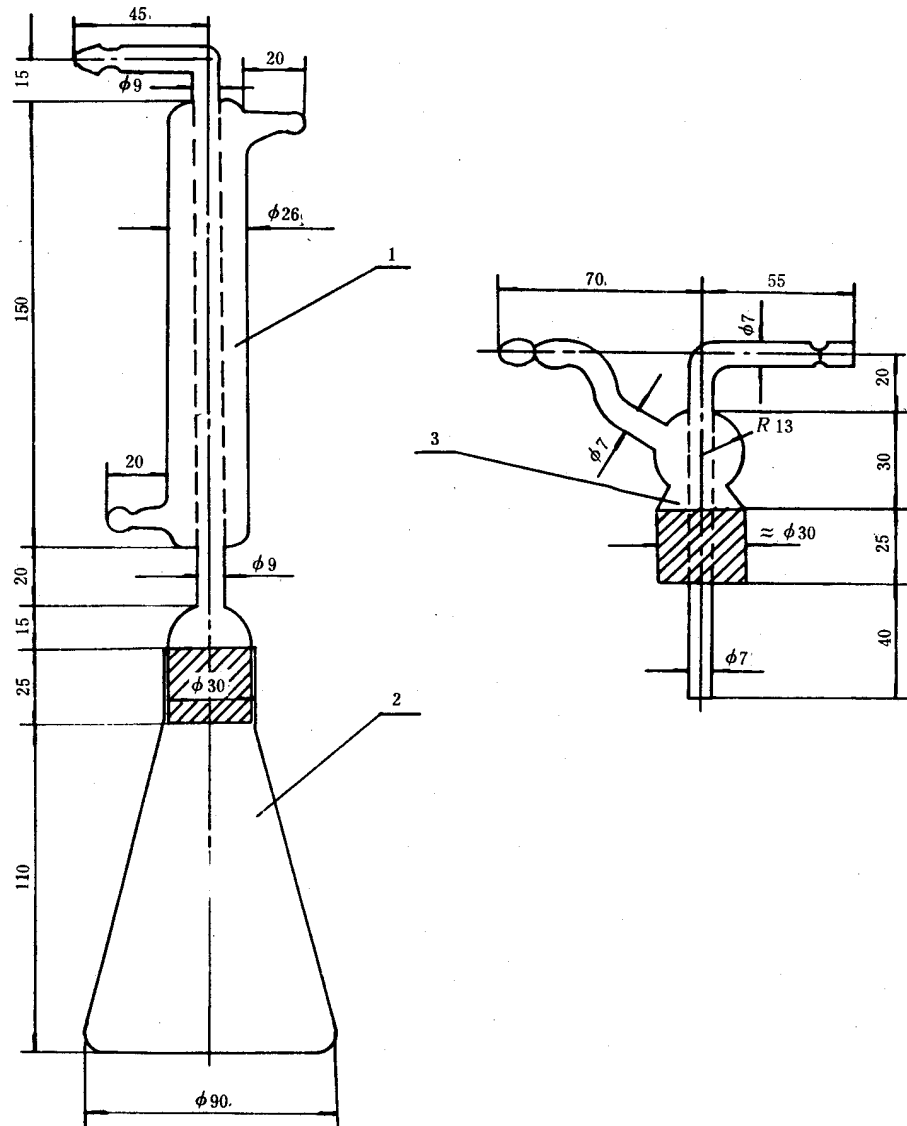


图 2

1—冷凝器; 2—蒸发烧瓶;

3—蒸发烧瓶塞

2.8 蒸发烧瓶:250或500毫升玻璃烧瓶,带有锥形塞,塞上有进出口管,以便通入氮气至瓶内要蒸发的液体表面(见图2)。

2.9 真空蒸馏装置:全部用玻璃制作(用于二甲亚砆净化),包括一个2升的蒸馏瓶,带有加热罩,一个真空夹套冷凝器以及一指状冷凝器的蒸馏头及受器(见图3)。

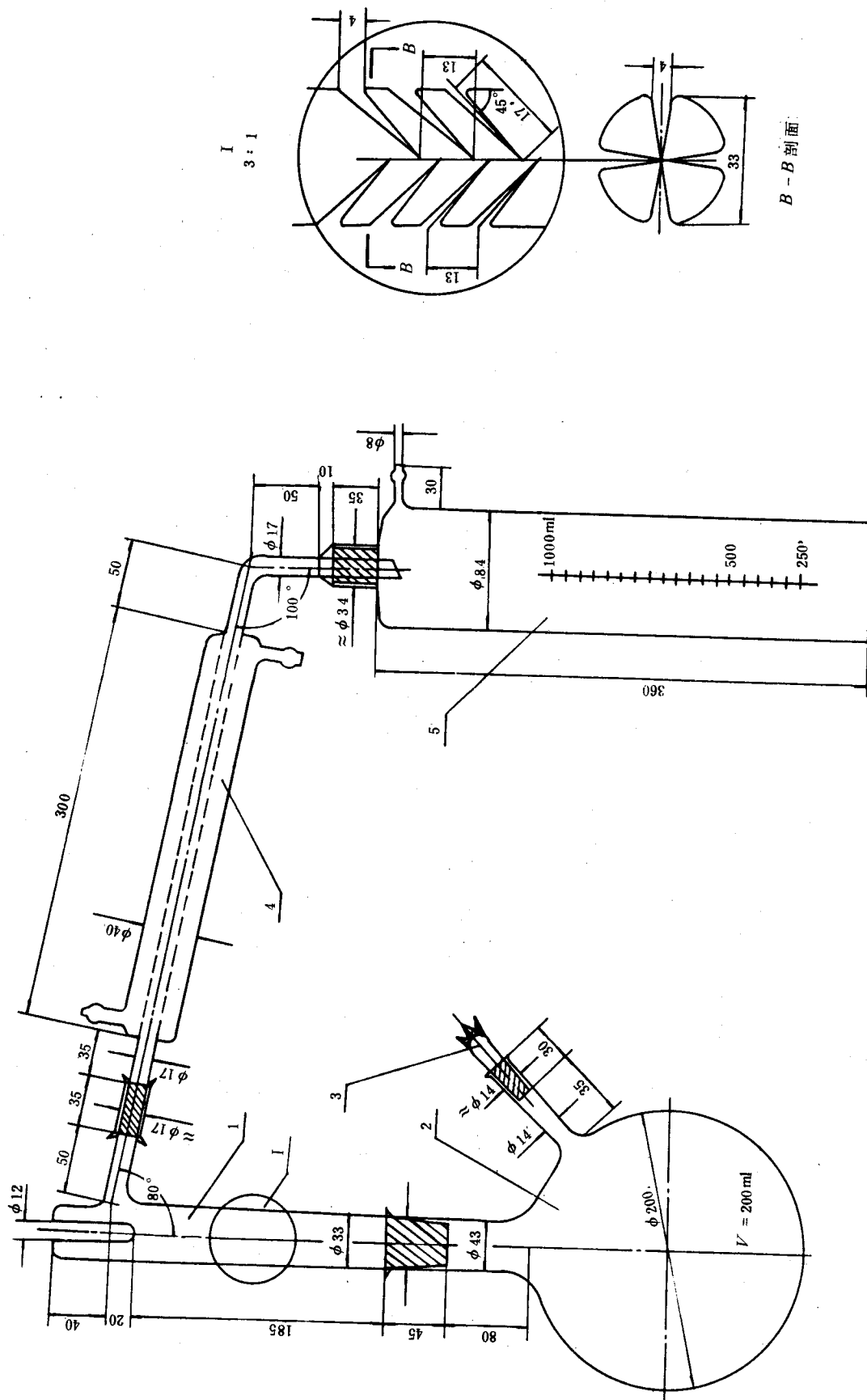


图 3

1—精馏柱；2—蒸馏烧瓶；3—磨口塞；4—冷凝器；5—受器

**2.10** 光谱用熔融石英吸收池:光程在 $4.000 \pm 0.005$ 厘米范围内。可用光程为 $1.000 \pm 0.005$ 厘米的石英池校正分光光度计性能。此时,以水作参比,测定吸光度值的差异。

**2.11** 分光光度计:波长范围250~400纳米(nm),有小于2纳米的狭缝。在仪器操作条件下,测定其吸光度。分光光度计性能须符合下列要求:

吸光度的重复性:在0.4吸光度处为 $\pm 0.01$ 。

吸光度的精确度:在0.4吸光度处为 $\pm 0.05$ 。

波长重复性: $\pm 0.2$ 纳米。

波长精确度: $\pm 1.0$ 纳米。

**2.12** 瓶装氮气:(纯度99.5%的氮气)。瓶上装有控制阀,控制压力为3.43帕〔斯卡〕( $0.35$ 千克力/厘米<sup>2</sup>)下的流量。

**2.13** 玻璃小量勺:自制,量取氢硼化钠用,一勺相当于0.3克氢硼化钠。

**2.14** 玻璃棒:自制,长250~300毫米,外径约5毫米,一端呈扁平圆型。用于压紧吸附剂。

**2.15** 金属棒:自制,长250~300毫米,外径约5毫米,一端磨尖,用于挑松吸附剂。

### 3 试剂

**3.1** 异辛烷(2, 2, 4-三甲基戊烷):应符合下述检验指标。必要时,需通过长约90厘米,直径5~8厘米的活化硅胶柱净化。

**3.2** 苯:试剂级,应符合下述方法检验指标。必要时,可采用蒸馏法或其他方法净化。

**3.3** 丙酮:试剂级,应符合下述方法检验指标。必要时,用蒸馏法净化。

**3.4** 甲醇:应符合下述方法检验指标。必要时,用蒸馏法净化。

**3.5** 正十六烷:纯度99%,无烯烃,应符合下述方法检验指标。必要时,需通过活化硅胶柱渗滤或采用蒸馏法净化。

**3.6** 蒸馏水:应符合下述方法检验指标。必要时需通过离子交换树脂或用其他合适的方法净化。

**3.7** 二甲亚砷:分析纯,应符合下述方法检验指标。必要时按下法净化:

将二甲亚砷加入2000毫升带玻璃塞的烧瓶中,再加入6.0毫升磷酸和50克碱性活性炭或类似物品。盖上瓶塞,用电磁搅拌器搅拌15分钟(搅拌棒须涂有聚四氟乙烯涂层),二甲亚砷通过四层厚的折成凹槽型的滤纸过滤(滤纸直径18.5厘米)。如最初的滤液含炭粉,滤液需返回同一漏斗重新过滤,直至滤液透明为止。为防止二甲亚砷与空气和湿气接触,在操作过程中,分液漏斗和集合瓶中的溶剂表面都用一层异辛烷覆盖。滤液移至2000毫升分液漏斗中,将二甲亚砷从下部排至真空蒸馏装置的2000毫升蒸馏烧瓶中,在约400帕〔斯卡〕(3毫米汞柱)或更小的压力下进行蒸馏。弃去开始的200毫升蒸馏液,再换上一个洁净馏出液受器,蒸馏继续进行直至得到1000毫升的二甲亚砷为止。由于此试剂很易吸湿,并在空气存在下,易与某些金属容器起作用,故在蒸馏完毕后,必须贮藏于有玻璃塞的瓶中。

**3.8** 磷酸:85%,试剂级。

**3.9** 氢硼化钠:纯度98%。

**3.10** 氧化镁:试剂级。

**3.11** 硅藻土:化学纯。

**3.12** 无水硫酸钠:试剂级,粒状。对所用的每一瓶硫酸钠必须按下法进行预洗涤,以提供本方法中所需的过滤介质。

**3.13** 氯化钠:试剂级。

**3.14** 活性炭:色层用、粒状。

### 4 试验准备

**4.1** 实验室要求

本试验灵敏度高,因此在操作中务必十分小心,以免污染引起误差。所有玻璃仪器包括旋塞和塞子都必须细心洗净,以除去润滑油、脂类及残留洗涤剂一切有机物质,并需要用紫外光检查是否有任何荧光污染。在仪器使用前必须用净化后异辛烷淋洗。在玻璃旋塞式接头处不准涂抹润滑脂。

#### 4.2 样品处理

处理样品时必须十分注意避免污染,并保证不得因包装不当而带入任何外来杂质。在试验中被测试的某些稠环芳烃易被光氧化,故全部试验过程必须在柔和的光线下进行。

#### 4.3 溶剂的检验

##### 4.3.1 正十六烷的检验

取1毫升正十六烷,用异辛烷直接稀释至25毫升,以异辛烷作参比,用4厘米光程吸收池测定紫外吸光度。在波长280~400纳米(nm)范围内,每1厘米的吸光度不应超过0.00。

##### 4.3.2 异辛烷、丙酮、苯、甲醇的检验

将规定量(见表1)的溶剂放入250毫升蒸发烧瓶中,加入1毫升正十六烷,在水浴上通氮气蒸至残液量不大于1毫升。蒸发速度控制在每分钟液体蒸出量约为4毫升,对苯及丙酮的残液,再加入两次10毫升异辛烷,同上操作,以保证除去全部的苯或丙酮。将残液溶于异辛烷中,使总体积为25毫升,以异辛烷作参比,用4厘米光程吸收池测定溶液的紫外吸光度。在280~400纳米(nm)范围内,每1厘米光程紫外吸光度应符合表1的规定值。

表 1

溶 剂	规定量 (毫升)	紫外吸光度
异辛烷	180	不大于0.01
苯	150	不大于0.01
丙 酮	200	不大于0.01
甲 醇	10	不大于0.00

若测定结果大于规定值,则需净化及处理后再进行检验。

##### 4.3.3 二甲亚砜的检验

取120毫升二甲亚砜,用240毫升蒸馏水稀释,置于500毫升分液漏斗中,混合并冷却5~10分钟。加入40毫升异辛烷,将漏斗剧烈振荡2分钟,进行抽提。分层后,将下部的水层放入第二个500毫升分液漏斗中,加入40毫升异辛烷再抽提一次,弃去水层。将两份40毫升抽出液,各用蒸馏水洗三次,每次用水50毫升并洗涤振荡1分钟,弃去水层,第一份抽出液通过用异辛烷预洗涤的无水硫酸钠过滤至250毫升蒸发烧瓶中,用第二份40毫升异辛烷抽出液洗涤第一个分液漏斗,通过上述无水硫酸钠层过滤,放入同一烧瓶中。两个分液漏斗各再用10毫升异辛烷洗涤,洗涤溶剂均通过上述无水硫酸钠层滤入同一个烧瓶中。往烧瓶中加入1毫升正十六烷,放在水浴上,并通氮气蒸掉异辛烷,蒸发速度同(4.3.2),直至残液不大于1毫升。往残液中加入两次10毫升异辛烷,同上操作,以保证所有挥发物全部除去。将残液溶于异辛烷中,使总体积为25毫升,在4厘米光程吸收池中以异辛烷作参比,测定紫外吸光度。在波长280~400纳米(nm)范围内,每1厘米光程吸光度不应大于0.02,若不合格则需按3.7所述的净化法处理后再进行检验。

##### 4.3.4 蒸馏水的检验

取500毫升蒸馏水放入1000毫升分液漏斗中,加25毫升异辛烷进行抽提,剧烈振荡5分钟,静置30分钟,分层后弃去下层水,用4厘米光程吸收池测定紫外吸光度,每厘米光程紫外吸光度应不大于

0.00。若不合格则需净化处理后，再进行检验。

#### 4.4 试剂的制备

##### 4.4.1 预平衡二甲亚砷-磷酸溶液及预平衡异辛烷的制备

取300毫升二甲亚砷放入1000毫升分液漏斗中，加入75毫升磷酸，剧烈振荡混合均匀（由于二甲亚砷和磷酸作用是放热反应，在混合时注意排气），然后放置10分钟，再加入150毫升异辛烷并振荡混合，使溶剂达到平衡。将各层分别放出，保存于带塞瓶中。

##### 4.4.2 冲洗剂的制备

4.4.2.1 10%苯-异辛烷溶液，用移液管取50毫升苯，放入500毫升带塞容量瓶中，加入异辛烷至刻线，并混合均匀。

4.4.2.2 20%苯-异辛烷溶液，用移液管取50毫升苯，放入250毫升带塞容量瓶中，加入异辛烷至刻线，并混合均匀。

##### 4.4.2.3 顶替剂的制备

丙酮-苯-水混合液，取380毫升丙酮加到200毫升苯中，再加入20毫升蒸馏水，并混合均匀。

##### 4.4.3 无水硫酸钠的制备

取35克无水硫酸钠放入耐酸漏斗中，根据所用溶剂洗涤数次（过滤异辛烷溶液时，用异辛烷洗涤；过滤苯溶液时，则用苯洗涤），每次用15毫升，直至最后一次15毫升洗涤液，按上述检验法加入1毫升正十六烷，蒸发至1毫升，蒸发速度同（4.3.2），再加入两次异辛烷蒸发后，加入异辛烷使总体积为25毫升，测定紫外吸光度进行检验直至在波长280~400纳米（nm）范围内，每1厘米光程吸光度不大于0.00为止，一般洗涤四次即能满足要求。

##### 4.4.4 氧化镁-硅藻土吸附剂的制备

取100克氧化镁放入一个大烧杯中，加入700毫升蒸馏水使其变成糊状。将此混合物在水浴上加热（水浴温度 $70 \pm 2^\circ\text{C}$ ）30分钟，并不断搅拌，以保证所有氧化镁完全浸湿，用垫有滤纸的布氏漏斗进行真空抽滤直至不再滴水为止。将过滤后的氧化镁移入洁净的搪瓷盘里，铺成1~2厘米的厚层，然后放入烘箱中在 $160 \pm 1^\circ\text{C}$ 恒温干燥24小时。取出，用乳钵粉碎，并用60目标准筛过筛。

将过筛的氧化镁和硅藻土以2:1混合（重量比）放入1000毫升磨口锥形瓶中，用力振荡10分钟，并混合均匀。在使用前将此混合物移至搪瓷盘内铺成1~2厘米的厚层，在 $160 \pm 1^\circ\text{C}$ 下干燥2小时，然后装入磨口瓶里，存放在干燥器中。

## 5 试验步骤

### 5.1 抽提测定阶段（按同样的手续测定空白的紫外吸光度）

5.1.1 准备工作：取100毫升预平衡二甲亚砷-磷酸溶液，放入500毫升分液漏斗中，并放在加热套上预热至使试样可以达到完全熔化的温度。加热时随时打开塞子，排除内部压力。

另外准备好三个装有30毫升预平衡异辛烷的250毫升分液漏斗，一个松松地塞着一薄层玻璃毛或玻璃布（须经异辛烷洗涤）的玻璃漏斗和一个装有35克用异辛烷洗过的无水硫酸钠的耐酸漏斗。

5.1.2 取试样：取1千克试样（如不足1千克，则全部取用）先刮去表面一层，切碎。混合均匀，用四分法取 $25 \pm 0.2$ 克，装入100毫升烧杯中，放在比试样熔点高 $15 \sim 20^\circ\text{C}$ 恒温烘箱中熔化。保存剩余试样，作为以后需要做重复试验时使用。

5.1.3 抽提：将熔化的试样立即倾入在加热套中的含有100毫升预平衡二甲亚砷溶液的500毫升分液漏斗中，并迅速用几份预平衡异辛烷洗涤烧杯中残留试样至同一分液漏斗中，溶剂总用量为50毫升。必要时可将烧杯温热。如在操作过程中有试样析出，则须重新加热溶解。注意要不时打开塞子，以排除内部压力，当试样熔化后，从加热套中取出漏斗，并用力振荡2分钟，进行抽提。液相分层后，让漏斗内的物质冷却，当漏斗内壁上开始析出蜡时，将漏斗徐徐回转以加速蜡的析出。待蜡全部析出后，将下层二甲亚砷-磷酸抽出液通过装有玻璃毛的玻璃漏斗过滤，将滤液放至一个盛有30毫升预平衡异辛烷的250毫升分液漏斗中。振荡1分钟，进行洗涤，分层后，将二甲亚砷-磷酸抽出液再用另外两个250

毫升漏斗中的30毫升预平衡异辛烷按同样操作洗涤。共洗涤三次,以洗去带入二甲亚砷-磷酸抽出液中的蜡。然后,将二甲亚砷-磷酸抽出液放入内盛480毫升蒸馏水的2000毫升分液漏斗中。抽提后的试样,在原500毫升分液漏斗中,再用另外两批100毫升预平衡二甲亚砷-磷酸溶液按上述操作重复抽提,两次抽出液均用洗涤第一次抽出液的三个250毫升分液漏斗中的预平衡异辛烷顺次洗涤,操作同上。洗涤后的二甲亚砷-磷酸抽出液均放入盛有第一次抽出液的2000毫升的分液漏斗中。

**5.1.4 反抽提:**将2000毫升分液漏斗中的三份二甲亚砷-磷酸抽出液(总量300毫升)和蒸馏水混合均匀,冷却几分钟,加入80毫升异辛烷,将漏斗用力振荡2分钟进行反抽提。液相分层后,将下部二甲亚砷-磷酸水溶液排入第一个2000毫升分液漏斗中,再用80毫升异辛烷重复反抽提一次。液相分层后弃去下部水层,每份80毫升异辛烷抽出液各用蒸馏水洗三次,每次100毫升,振荡1分钟。

**5.1.5 过滤:**将第一个2000毫升分液漏斗中的80毫升异辛烷抽出液用一个耐酸漏斗进行过滤,漏斗上铺有35克经异辛烷预洗涤的无水硫酸钠层。滤液至250毫升蒸发瓶中。然后用第二个分液漏斗中的80毫升异辛烷抽出液,洗涤第一个分液漏斗,洗涤液也通过同一个有无水硫酸钠层的耐酸漏斗过滤,滤液并入同一蒸发瓶中。再用两份20毫升异辛烷,每份异辛烷按先洗第二个分液漏斗,后洗第一个分液漏斗的顺序洗涤。洗涤液均通过上述的同一个有无水硫酸钠层的耐酸漏斗过滤,滤液均并入上述同一蒸发瓶中。

**5.1.6 浓缩:**往蒸发瓶中里加入1毫升正十六烷,将烧瓶放在水浴上,通氮气吹蒸异辛烷至残液量不大于1毫升,蒸发速度同上。再加入两次10毫升异辛烷,操作同上,蒸至残液量不大于1毫升。

**5.1.7 紫外吸光度测定:**将残液溶于异辛烷中,使总体积为25毫升,混合均匀。将溶液放在4厘米光程吸收池中,注意样品在倒入吸收池时不得有丝毫损失。在波长280~400纳米(nm)范围内,以异辛烷作参比测定紫外吸光度。并进行无试样的空白试验。

**5.1.8 判断用无试样的空白试验的紫外吸光度修正试样的紫外吸光度。**空白试验的紫外吸光度和修正后的试样的紫外吸光度如符合表2中的规定值,则认为试样合格。

表 2

样品	紫外吸光度 波长 纳米 (nm)	每1厘米光程时最大紫外吸光度			
		280~289	290~299	300~359	360~400
空白		0.04	0.04	0.04	0.04
试样		0.15	0.12	0.08	0.02

如果修正后的每1厘米光程紫外吸光度超过所规定的界限值,但数值不大于0.50,则试验需要按下法继续进行。

注:① 由于本试验使用溶剂较多,操作要在通风橱内进行,实验室也要经常进行通风。

② 在试验中含有稠环芳烃的废液,必须用硫酸处理,以免污染环境。

## 5.2 吸附分离测定阶段(按同样的手续测定空白的紫外吸光度)

**5.2.1 甲醇-氢硼化钠的处理:**将抽提测定后在吸收池中的异辛烷溶液全部移至原250毫升蒸发瓶中,将吸收池用少量异辛烷洗涤三次,洗液并入蒸发瓶,将烧瓶放在水浴上通氮气吹蒸至残液不大于1毫升为止,蒸发速度同上。取下烧瓶,冷却,加入10毫升甲醇和约0.3克氢硼化钠(为使氢硼化钠尽量不暴露在空气中,使用玻璃小量勺),立即接上水冷凝器,振荡烧瓶至氢硼化钠溶解。在室温下放置30分钟,并不时摇晃,然后卸下水冷凝器,将蒸发瓶放在水浴上通氮气蒸发甲醇,直至氢硼化钠开始从溶液中析出。然后,加入10毫升异辛烷,将混合物浓缩至2~3毫升,再加入10毫升异辛烷,再蒸发至5毫升左右,不断摇晃烧瓶,以保证氢硼化钠得到充分洗涤。

**5.2.2 色谱柱的准备:**先将色谱柱用聚四氟乙烯垫圈与吸滤瓶相连。称取14克氧化镁-硅藻土吸附剂,在抽真空下(约135毫米汞柱),分次装入色谱柱内,每次约装3厘米高的吸附层。每装好一层,用玻璃棒均匀的压紧吸附剂面,以保证充填良好,将每层上部几毫米表面层用金属棒尖端挑松,然后再加第二层吸附剂。按这样的方法,将14克吸附剂全部装入在内,用玻璃棒压紧吸附剂层,使吸附剂层全高约14~16厘米,停止抽真空,取下吸滤瓶,将500毫升加压容器接在色谱柱上端。色谱柱先用100毫升异辛烷浸湿,调节氮气压力,使异辛烷下行速度为每分钟2~3毫升。当最后一些异辛烷快要达到吸附剂上部平面时,停止冲压(注意:在任何时候液面不能低于吸附剂面)。

**5.2.3 吸附分离:**往吸附柱内加入上述异辛烷浓缩物,稍加氮气压力,使液面下降至恰好稍高于吸附剂面,蒸发烧瓶和残液用二份5毫升异辛烷充分洗涤,并迅速倒入吸附柱中。当最后5毫升洗涤液恰好达到吸附剂顶面之前,接上容器,并加入100毫升异辛烷。渗滤下行速度为每分钟2~3毫升,当最后一些异辛烷恰好达到吸附剂顶面时,向容器中加入100毫升10%苯-异辛烷冲洗剂,继续按上述速度渗滤。当最后一些混合物恰好达到吸附剂顶面时,向容器中加入25毫升20%苯-异辛烷冲洗剂,继续按上述速度渗滤,直至所有溶剂全部通过吸附柱,弃去所有冲洗溶液。向容器中加入300毫升丙酮-苯-水顶替剂,顶替下来的溶液收集于洁净的1000毫升分液漏斗中,直至溶液滴完(0.2表压下1分钟内不滴为滴完)。

**5.2.4 过滤:**将顶替溶液用蒸馏水洗三次。每次用量300毫升,振荡1分钟。液相分层后(如有乳化现象,可用氯化钠破乳化)弃去下部水层。苯残留物通过苯预洗过的无水硫酸钠过滤至250毫升蒸发烧瓶中,分液漏斗中的苯残留物用苯洗涤两次,每次用20毫升,洗涤液放入同一个无水硫酸钠漏斗中过滤,并入蒸发烧瓶中。

**5.2.5 浓缩:**往蒸发烧瓶中加入1毫升正十六烷,在水浴上通氮气吹蒸,蒸发速度同上,直至残液不大于1毫升,再加两次10毫升异辛烷,每次蒸至残液不大于1毫升为止。

**5.2.6 紫外吸光度测定:**将残液溶于异辛烷中,使总体积为25毫升。将溶液放在4厘米吸收池中,以异辛烷作参比,在波长280~400纳米(nm)范围内测定紫外吸光度。

注:为了防止苯在溶液中存在,影响测定结果,应在250~260纳米(nm)间检测苯的谱线。如果显出苯谱线的特征,则必须重新吹蒸以除去全部的苯,然后再测定其紫外吸光度。

**5.2.7 判断测定值用空白试验测得的紫外吸光度进行补正。**空白试验的紫外吸光度和补正后的试样的紫外吸光度如符合表3规定值,则认为试样合格。

表 3

样品	紫外吸光度 波长 纳米 (nm)	每1厘米光程时最大紫外吸光度			
		280~289	290~299	300~359	360~400
空 白		0.07	0.07	0.04	0.04
试 样		0.15	0.12	0.08	0.02

## 6 报告

无论是5.1抽提测定或5.2吸附分离测定,若不大于规定值则报告通过。按5.2吸附分离测定仍大于规定值则报告未通过。



附录 A  
试剂净化及处理用方法  
(补充件)

### A.1 蒸馏法

适用于苯、丙酮和蒸馏水的净化。可采用本标准中2.9所述的蒸馏装置,在常压下进行蒸馏。

#### A.1.1 净化蒸馏水

先将75毫升碱性高锰酸钾溶液<sup>注</sup>放入蒸馏烧瓶中,加入几粒泡沸石,再加1500毫升需净化的蒸馏水进行蒸馏。控制馏速为4~5毫升/分,弃去开始馏出液200毫升,取中间馏出液1000毫升,残液约300毫升。

注:碱性高锰酸钾溶液的配制是取0.5克分析纯高锰酸钾,2.5克氢氧化钠溶于1000毫升蒸馏水中。

#### A.1.2 净化丙酮

取1500毫升丙酮放入蒸馏烧瓶中,加入少量高锰酸钾,使液体呈现紫色,加入几粒泡沸石进行蒸馏,控制馏速为4~5毫升/分。弃去前200毫升馏出液,取中间1000毫升馏出液进行检验。

#### A.1.3 净化苯

取1500毫升苯放入蒸馏烧瓶中,加入几粒泡沸石进行蒸馏,馏速和截取馏出液量均与丙酮相同。

### A.2 色谱柱法

适用于异辛烷和正十六烷的净化。

先将长约900毫米,直径50毫米的玻璃色谱柱下端用洁净的棉花堵塞,边敲边装填活化好的硅胶<sup>注</sup>至3/4高度处,硅胶装入量约1千克左右,继续敲打柱子至硅胶不再下降。柱子应垂直放置并用夹子夹稳,然后加入异辛烷(或十六烷),异辛烷处理量根据其中杂质而定(一般情况是1千克硅胶可净化4~5升异辛烷),先滴下来的200毫升须倒回上端容器再处理一次,液体流速可控制在每分钟4~5毫升左右。

因正十六烷用量少,也可用小色谱柱净化,色谱柱的径高比以15~20为宜。

注:用100~200目细孔硅胶在150℃温度下活化4~5小时。

### A.3 二甲亚砷的预处理

**A.3.1** 将需净化的二甲亚砷置于恒温水浴中结晶。结晶条件为14℃,8小时。然后在18℃恒温2小时,再将其中不结晶部分倒出弃去,将结晶部分熔化后,按本标准中3.7叙述净化。

**A.3.2** 碱性活性炭的制备:称取500克色层分析用粒状活性炭,放入2000毫升烧杯中,加入20%氢氧化钠水溶液浸泡,在水浴中加热到50℃左右,恒温1小时,并随时用玻璃棒搅拌,然后用蒸馏水清洗活性炭。将浮面的氢氧化钠洗去,用石蕊试纸检验洗后的蒸馏水,直至其pH为7为止。再用玻璃布在布氏漏斗中进行真空过滤至不滴水后,放入烘箱中,在120℃干燥24小时。

#### 附加说明:

本标准由中国石油化工总公司提出。

本标准由抚顺石油化工研究院技术归口。

本标准由抚顺石油化工研究院负责起草。

本标准主要起草人陈恕美、苗天楫、杨令儒。

本标准系等效采用美联邦法规—食品和药物(CFR—FDA) § 172.886石油蜡中(b)项《稠环芳烃试验法》(82年版)制订的。

自本标准实施之日起,原石油部部标准SY 2860—82《石蜡稠环芳烃测定法》作废。