



中华人民共和国国家标准

GB 25559—2010

食品安全国家标准
食品添加剂 磷酸二氢钙

2010-12-21 发布

2011-02-21 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

本标准的附录 A 为规范性附录。

食品安全国家标准

食品添加剂 磷酸二氢钙

1 范围

本标准适用于以磷酸氢钙、磷酸三钙、石灰乳或碳酸钙之一与热法磷酸反应制得的食品添加剂磷酸二氢钙。

2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

3 分子式和相对分子质量

3.1 分子式

无水磷酸二氢钙： $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$

一水磷酸二氢钙： $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$

3.2 相对分子质量

无水磷酸二氢钙：234.05（按2007年国际相对原子质量）

一水磷酸二氢钙：252.07（按2007年国际相对原子质量）

4 技术要求

4.1 感官要求：应符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	要 求	检验方法
色泽	无色或白色	取适量试样置于50mL烧杯中，在自然光下观察色泽和组织状态。
组织状态	三斜结晶或粉末	

4.2 理化指标：应符合表2的规定。

表2 理化指标

项 目	指 标	检验方法
磷酸二氢钙（以Ca计），w/%	无水物	附录A中A.4
	一水物	
重金属（以Pb计）/(mg/kg)	≤ 10	附录A中A.5
铅（Pb）/(mg/kg)	≤ 2	附录A中A.6
砷（As）/(mg/kg)	≤ 3	附录A中A.7

表 2 理化指标 (续)

氟化物 (以 F 计) / (mg/kg)	≤	25	附录 A 中 A.8
灼烧减量 ^a , w / %		14.0~15.5	附录 A 中 A.9
干燥减量 ^b , w / %	≤	1	附录 A 中 A.10
澄清度		通过试验	附录 A 中 A.11
碳酸盐		通过试验	附录 A 中 A.12
游离酸及其副盐		通过试验	附录 A 中 A.13
^a 无水物测定此项目。 ^b 一水物测定此项目。			

附录 A
(规范性附录)
检验方法

A.1 警示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作时须小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。使用剧毒品，应严格按照有关规定管理；使用时应避免吸入或与皮肤接触，必要时应在通风橱中进行，暴露部位有伤口的人员不能接触。

A.2 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—2008 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 之规定制备。

A.3 鉴别试验**A.3.1 试剂和材料**

A.3.1.1 硝酸溶液：1+8。

A.3.1.2 氨水溶液：1+1。

A.3.1.3 硝酸银溶液：20 g/L。

A.3.1.4 草酸铵溶液：33 g/L。

A.3.2 分析步骤**A.3.2.1 钙离子的鉴别**

称取约0.1 g试样，加20 mL水摇匀后过滤，滤液中加5 mL草酸铵溶液，产生白色沉淀。

A.3.2.2 磷酸根的鉴别

称取约1g试样，溶于20 mL水中，加硝酸银溶液，生成黄色沉淀，此沉淀溶于氨水溶液或硝酸溶液。

A.4 磷酸二氢钙的测定**A.4.1 氧化还原滴定法（仲裁法）****A.4.1.1 方法提要**

试料经盐酸溶解，加入草酸铵溶液后用氨水调节溶液的pH值，在沸水浴中煮沸，生成草酸钙沉淀，用高锰酸钾标准滴定溶液滴定草酸钙沉淀，得出结果。

A.4.1.2 试剂和材料

A.4.1.2.1 盐酸溶液：1+3。

A.4.1.2.2 草酸铵溶液：33 g/L。

A.4.1.2.3 洗涤液：取10 mL草酸铵溶液，用水稀释至1000 mL。

A.4.1.2.4 氨水溶液：1+1。

A.4.1.2.5 硫酸溶液：1+6。

A.4.1.2.6 高锰酸钾标准滴定溶液： $c(1/5\text{KMnO}_4) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.4.1.2.7 甲基橙指示液：1 g/L。

A.4.1.2.8 甲基红指示液：1 g/L。

A.4.1.3 仪器和设备

A.4.1.3.1 恒温水浴箱。

A.4.1.3.2 玻璃砂坩埚：孔径5 μm~15 μm。

A.4.1.4 分析步骤

称取约 0.5 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 250 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸溶液，使试样溶解，加 3 滴甲基橙指示液，煮沸 5 min。如有必要，在煮沸过程中加入盐酸溶液或水使试验溶液的 pH 值和体积保持不变。加 2 滴甲基红指示液，30 mL 草酸铵溶液，接着边搅拌边滴加氨水溶液，直至溶液的粉红色刚刚消失。将烧杯置于恒温水浴箱中煮沸 30 min，冷却至室温。待沉淀沉降，用倾析法将上层置于清洁干燥的玻璃砂坩埚抽滤，用 30 mL 冷的洗涤液（20℃以下）洗涤烧杯中的沉淀，洗涤液转移至玻璃砂坩埚抽滤，重复洗涤至沉淀全部转移至玻璃砂坩埚中，最后各用 10 mL 水洗涤两次。将玻璃砂坩埚放入烧杯中，加入 100 mL 水和 50 mL 硫酸溶液，用滴定管加入 35 mL 高锰酸钾标准滴定溶液，搅拌至颜色消失，加热至大约 70℃，用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色，并在 30 s 内不消失即为终点。同时进行空白试验。

空白试验除不加试样外，其他操作及加入试剂的种类和量（标准滴定溶液除外）与测定试验相同。

A.4.1.5 结果计算

磷酸二氢钙含量以钙（Ca）的质量分数 w_1 计，数值以%表示，按公式（A.1）计算：

$$w_1 = \frac{[(V - V_0)/1000]cM}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

V ——滴定试验溶液所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 ——空白试验所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——高锰酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

m ——试样质量的数值，单位为克（g）；

M ——钙（1/2Ca）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=20.039$ ）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

A.4.2 硫酸锌返滴定法

A.4.2.1 方法提要

在试验溶液中，加入过量的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液，与钙离子络合，以KB混合液为指示剂，用锌标准滴定溶液滴定过量的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液。

A.4.2.2 试剂和材料

A.4.2.2.1 盐酸溶液：1+1。

A.4.2.2.2 氨-氯化铵缓冲溶液（甲）：pH≈10。

A.4.2.2.3 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液： $c(\text{EDTA}) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

A.4.2.2.4 酸性铬蓝K-萘酚绿B混合指示液（KB指示液）。

A.4.2.2.5 硫酸锌标准滴定溶液： $c(\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ ；

配制：称取15 g硫酸锌，加水溶解，用水稀释至1000 mL，摇匀。

标定：移取 25.00 mL 配制的硫酸锌标准滴定溶液，置于锥形瓶中，加 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液（甲）

及 75 mL 水，加约 0.02 g 铬黑 T 指示剂，用 0.05 mol/L 的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液由紫色变为纯蓝色，并保持 30 s 不褪色，即为终点。同时进行空白试验。

空白试验除不加试样外，其他操作及加入试剂的种类和量（标准滴定溶液除外）与测定试验相同。

硫酸锌标准滴定溶液的浓度按公式（A.2）计算：

$$c = \frac{(V_1 - V_0)c_1}{V} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

V_1 ——滴定所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 ——空白试验消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c_1 ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

V ——移取硫酸锌标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）。

A.4.2.3 分析步骤

称取约 0.5 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 100 mL 烧杯中，用少量水润湿，加 5 mL 盐酸溶液使试样全部溶解，全部转移至 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。必要时干过滤，弃去前 20 mL 滤液。

移取 25.00 mL 上述试验溶液，置于 500 mL 锥形瓶中，再用另一移液管移入 25.00 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液，加 50 mL 水、10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液（甲），摇匀，放置 5 min。加约 2 滴~3 滴 KB 指示液，用硫酸锌标准滴定溶液滴定至溶液由蓝色变为蓝紫色，并保持 30 s 内紫色不褪色，即为终点。同时进行空白试验。

空白试验除不加试样外，其他操作及加入试剂的种类和量（标准滴定溶液除外）与测定试验相同。

A.4.2.4 结果计算

磷酸二氢钙含量以钙（Ca）的质量分数 w_1 计，数值以 % 表示，按公式（A.3）计算：

$$w_1 = \frac{[(V_0 - V_1)/1000]cM}{m \times 25/250} \times 100\% \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

V_0 ——空白试验所消耗的硫酸锌标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_1 ——滴定试验溶液所消耗的硫酸锌标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——硫酸锌标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）；

M ——钙（Ca）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=40.078$ ）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

A.5 重金属的测定

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 盐酸溶液：1+4。

A.5.1.2 硫化钠溶液：此溶液应遮光、加盖密闭保存于棕色瓶。配制后三个月内有效。

A.5.1.3 铅标准溶液：1 mL 溶液含铅（Pb）0.01mg；

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的铅标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

A. 5. 1. 4 其他试剂同 GB/T 5009.74—2003 第 3 章。

A. 5. 2 仪器和设备

同 GB/T 5009.74—2003 第 4 章。

A. 5. 3 分析步骤

称取 $2.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样，置于 50 mL 烧杯中，加 5 mL 盐酸溶液及 10 mL 水，加热溶解，冷却后滴加氨水至白色沉淀出现，再加入少量盐酸至沉淀消失，必要时干过滤（用水洗涤 5 次）。全部转移至 50 mL 比色管中，加 5 mL 乙酸盐缓冲溶液，混匀，加 5 滴硫化钠溶液，并用水稀释至刻度，混匀，于暗处放置 5 min。所呈颜色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的配制：移取 2.00 mL 铅标准溶液置于 50 mL 比色管中，加 25 mL 水，从“加 5 mL 乙酸盐缓冲溶液……”开始进行操作，与试验溶液同时同样处理。

A. 6 铅的测定

A. 6. 1 双硫脲比色法（仲裁法）

A. 6. 1. 1 方法提要

同 GB/T 5009.75—2003 的第 2 章。

A. 6. 1. 2 试剂和材料

同 GB/T 5009.75—2003 的第 3 章。

A. 6. 1. 3 仪器和设备

同 GB/T 5009.75—2003 的第 4 章。

A. 6. 1. 4 分析步骤

称取 $5.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样，置于 100 mL 烧杯中，加 10 mL 水溶解，置于分液漏斗中。用移液管移取 1.00 mL 铅标准溶液，置于分液漏斗中，作为标准比对溶液。以下按照 GB/T 5009.75—2003 中第 6 章的规定进行测定。

A. 6. 2 原子吸收分光光度法

A. 6. 2. 1 试剂和材料

A. 6. 2. 1. 1 盐酸。

A. 6. 2. 1. 2 三氯甲烷。

A. 6. 2. 1. 3 硝酸。

A. 6. 2. 1. 4 氢氧化钠溶液：250 g/L。

A. 6. 2. 1. 5 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵（APDC）溶液：2%；

称取 2 g 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵（APDC）溶于 100 mL 水中。如有不溶物，使用前过滤。

A. 6. 2. 1. 6 铅标准溶液：1 mL 溶液含铅（Pb）0.010 mg；

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的铅标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

A. 6. 2. 1. 7 精密 pH 试纸：pH0.5~5.0。

A. 6. 2. 1. 8 二级水：符合 GB/T 6682—2008 的规定。

A. 6. 2. 2 仪器和设备

A. 6. 2. 2. 1 分液漏斗：250 mL。

A. 6. 2. 2. 2 恒温水浴箱。

A. 6. 2. 2. 3 原子吸收分光光度计。

A. 6. 2. 3 分析步骤

A. 6. 2. 3. 1 铅标准测定溶液的制备及测定

移取 2.00 mL 铅标准溶液，置于 150 mL 烧杯中，加 30 mL 水，10 mL 盐酸，（盖上表面皿）加热沸腾 5 min，冷却，用氢氧化钠溶液调节溶液的 pH 为 1.0~1.5（用精密 pH 试纸检验）。将溶液移入分液漏斗中，用水稀释至约 200 mL。加入 2 mL 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵（APDC）溶液，摇匀。用三氯甲烷萃取两次，每次加入 20 mL，将萃取液（即有机相）收集于 50 mL 烧杯中，（在通风橱中）用水浴加热蒸发至干。加入 3 mL 硝酸溶解残余物，加热近干。加入 0.5 mL 硝酸和 10 mL 水，加热至溶液体积为 3 mL~5 mL，移入 10 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。选用空气-乙炔火焰，于 283.3 nm 波长处，用水调零，测定溶液的吸光度。

A. 6. 2. 3. 2 试样测定溶液的制备及测定

称取 $10.0\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ 试样置于 150 mL 烧杯中，加入 30 mL 水，加入 10 mL 盐酸，（盖上表面皿）加热使试样溶解，并沸腾 5 min。然后按 A.6.2.3.1 从“冷却，用氢氧化钠溶液调 pH……”开始进行操作，测其相应吸光值。

A. 6. 2. 4 结果判定

试样测定溶液的吸光度不得大于铅标准测定溶液的吸光度。

A. 7 砷的测定

A. 7. 1 试剂和材料

A. 7. 1. 1 盐酸酸溶液：1+1。

A. 7. 1. 2 砷标准溶液：1 mL 溶液含有砷（As）0.0010 mg；

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的砷标准溶液，置于 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

A. 7. 1. 3 其他试剂同 GB/T 5009.76—2003 第 9 章。

A. 7. 2 仪器和设备

同 GB/T 5009.76—2003 第 10 章。

A. 7. 3 分析步骤

称取 $0.50\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于定砷瓶中，加少量水润湿，加入 5 mL 盐酸溶液将试样溶解。

限量标准溶液的配制：移取 1.50 mL [1 mL 溶液含砷（As）0.0010 mg] 砷标准溶液，与试样同时同样处理。以下按 GB/T 5009.76—2003 第 11 章规定进行测定。

A. 8 氯化物的测定

A. 8. 1 试剂和材料

A. 8. 1. 1 盐酸溶液：1+4。

A. 8. 1. 2 总离子强度缓冲液：乙酸钠溶液与柠檬酸钠溶液等量混合，该溶液现用现配。

A. 8. 1. 3 乙酸钠溶液： $c(\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}) = 3\text{ mol/L}$ ；

称取 204 g 乙酸钠溶于约 300 mL 水中，冷却，以 1 mol/L 乙酸调节 pH \approx 7.0，全部转移至 500 mL 容量瓶，用水稀释至刻度，摇匀。

A. 8. 1. 4 柠檬酸钠溶液: $c(\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0.75 \text{ mol/L}$;

称取 110 g 柠檬酸钠, 溶于约 300 mL 水中, 加高氯酸 14 mL, 全部转移至 500 mL 容量瓶, 用水稀释至刻度, 摇匀。

A. 8. 1. 5 氟化物标准溶液: 1 mL 溶液含氟 (F) 0.010 mg;

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的氟化物标准溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。该溶液现用现配, 贮存于聚乙烯瓶中。

A. 8. 2 仪器和设备

A. 8. 2. 1 氟电极。

A. 8. 2. 2 甘汞电极。

A. 8. 2. 3 电位计。

A. 8. 2. 4 磁力搅拌器。

A. 8. 3 分析步骤

A. 8. 3. 1 标准工作溶液的绘制

移取氟化物标准溶液 1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 分别置于 5 个 50 mL 容量瓶中, 各加入 4 mL 盐酸溶液, 加 25 mL 总离子强度缓冲液, 用水稀释至刻度, 摇匀。

A. 8. 3. 2 试验溶液的制备

称取约 1.5 g 试样, 精确至 0.01 g, 加入 4 mL 盐酸溶液, 25 mL 总离子强度缓冲液, 溶解, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

A. 8. 3. 3 测定

将氟电极和甘汞电极与电位计的负端和正端联接, 将电极插入盛有水的 50 mL 聚乙烯塑料烧杯中, 预热仪器, 在磁力搅拌器上以恒速搅拌, 读取平衡电位值, 更换浸泡电极的水 2 次~3 次, 至电极说明书中规定的电位值后, 即可进行标准工作溶液和试样溶液的电位测定。

由低至高浓度分别测定氟标准工作溶液的平衡电位。以电极电位作纵坐标, 氟离子浓度 (mg/mL) 作横坐标, 在半对数坐标纸上绘制工作曲线。

同法测定试样溶液的平衡电位, 从工作曲线上查出试样中氟离子的浓度 (mg/mL)。

A. 8. 4 结果计算

氟化物含量以氟 (F) 的质量分数 w_2 计, 数值以 mg/kg 表示, 按公式 (A.4) 计算:

$$w_2 = \frac{c \times 100}{m \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

c ——从工作曲线上查得的氟离子浓度的数值, 单位为毫克每毫升 (mg/mL);

m ——试样的质量的数值, 单位为克 (g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值不大于 10 mg/kg。

A. 9 灼烧减量的测定

A. 9. 1 仪器和设备

A. 9. 1. 1 瓷坩埚: 30 mL。

A. 9. 1. 2 高温炉: 温度能控制在 $800^\circ\text{C} \pm 50^\circ\text{C}$ 。

A. 9. 2 分析步骤

用已于 800℃±50℃条件下灼烧 30 min 的瓷坩埚，称取约 1.5 g 试样（无水物），精确至 0.0002 g，置于高温炉内，在 800℃±50℃条件下灼烧 30 min，取出冷却至室温，称量。

A.9.3 结果计算

灼烧减量以质量分数 w_3 计，数值以%表示，按公式（A.5）计算：

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.5)$$

式中：

m_1 ——灼烧前试料和坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——灼烧后残余物和坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.1%。

A.10 干燥减量的测定

A.10.1 仪器和设备

A.10.1.1 称量瓶：Φ50 mm×30 mm。

A.10.1.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 60℃±2℃。

A.10.2 分析步骤

用已于 60℃±2℃条件下干燥 3 h 的称量瓶，称取约 1.5 g 试样（一水物），精确至 0.000 2 g，置于电热恒温干燥箱内，在 60℃±2℃条件下干燥 3 h，取出冷却至室温，称量。

A.10.3 结果计算

干燥减量以质量分数 w_4 计，数值以%表示，按公式（A.6）计算：

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.6)$$

式中：

m_1 ——干燥前试料和称量瓶的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——干燥后试料和称量瓶的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.1%。

A.11 澄清度的测定

A.11.1 试剂和材料

A.11.1.1 盐酸。

A.11.1.2 硝酸溶液：1+2。

A.11.1.3 硝酸银溶液：20 g/L。

A.11.1.4 氯化物标准溶液：1 mL 溶液含氯（Cl）0.010 mg；

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的氯化物标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

A.11.2 仪器和设备

恒温水浴箱。

A. 11.3 分析步骤

称取 2.00 g \pm 0.01 g 试样，置于 50 mL 烧杯中，加 18 mL 水及 2 mL 盐酸，在沸水浴中加热 5 min 溶解。冷却后全部转移至 50 mL 比色管中，用水稀释至刻度，摇匀。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的配制：移取 1.2 mL 氯化物标准溶液，置于 50 mL 比色管中，加 20 mL 水、1 mL 硝酸溶液、1 mL 硝酸银溶液，用水稀释至刻度，摇匀。在暗处放置 15 min。

A. 12 碳酸盐的测定

A. 12.1 试剂和材料

盐酸。

A. 12.2 分析步骤

称取 2.0 g 试样，精确至 0.1 g，置于 50 mL 锥形瓶中，加 6 mL 水煮沸，冷却后滴加 2 mL 盐酸，试验溶液不应有气泡产生。

A. 13 游离酸及其副盐测定

A. 13.1 试剂和材料

A. 13.1.1 氢氧化钠溶液：1 mol/L。

A. 13.1.2 甲基橙指示液：1 g/L。

A. 13.2 分析步骤

称取 1.0 g 试样，精确至 0.1 g，置于研钵中，加 3 mL 水研磨，全部转移至 250 mL 烧杯中，加 100 mL 水摇匀，滴加 1 滴甲基橙指示液，加入 1 mL 氢氧化钠溶液，试验溶液应呈黄色。