



中华人民共和国国家标准

GB 25588—2010

食品安全国家标准
食品添加剂 碳酸钾

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 碳酸钾

1 范围

本标准适用于电解法和离子交换法制得食品添加剂碳酸钾。

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 分子式和相对分子量

3.1 分子式



3.2 相对分子质量

138.20（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	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	粉末或颗粒状结晶	

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
碳酸钾（以干基计），w/%	≥ 99.0	附录 A 中 A.4
氯化物（以 KCl 计）（以干基计），w/%	≤ 0.015	附录 A 中 A.7
硫化物（以 K ₂ SO ₄ 计）（以干基计），w/%	≤ 0.01	附录 A 中 A.8
铁（Fe）（以干基计），w/%	≤ 0.0010	附录 A 中 A.9
水不溶物（以干基计），w/%	≤ 0.02	附录 A 中 A.10
重金属（以 Pb 计）/（mg/kg）	≤ 10	附录 A 中 A.11
砷（As）/（mg/kg）	≤ 2	附录 A 中 A.12
灼烧减量，w/%	≤ 0.60	附录 A 中 A.13

附录 A

(规范性附录)

检验方法

A.1 警示

本标准的检验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性，操作者须小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。使用易燃品时，严禁使用明火加热。

A.2 一般规定

本标准的检验方法中所用试剂和水，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 盐酸。

A.3.1.2 无水乙醇。

A.3.1.3 氢氧化钙饱和溶液：

称取3 g 氢氧化钙放入1000 mL 水中，经剧烈搅拌或振摇后，放置澄清，取澄清液备用。

A.3.1.4 硫酸镁溶液：120 g/L。

A.3.1.5 四苯硼钠乙醇溶液：34 g/L。

A.3.1.6 红色石蕊试纸。

A.3.2 分析步骤

A.3.2.1 碳酸盐的鉴别

A.3.2.1.1 取50 mL 0.1 g/mL试验溶液，置于250mL锥形瓶中，滴加盐酸，即放出气体。将此气体导入氢氧化钙饱和溶液中，发生白色浑浊。

A.3.2.1.2 取适量0.1 g/mL试验溶液，滴加硫酸镁溶液，即发生白色沉淀。

A.3.2.2 钾离子的鉴别

A.3.2.2.1 取适量0.1 g/mL试验溶液，加入四苯硼钠溶液，即有大量白色沉淀生成。

A.3.2.2.2 用盐酸浸润的铂丝先无色火焰上燃烧至无色。再蘸取少许试验溶液，在无色火焰上燃烧，通过钴玻璃观察火焰呈紫色。

A.4 碳酸钾的测定

A.4.1 四苯硼钾重量法（仲裁法）

A.4.1.1 方法提要

在弱酸性介质中，碳酸钾与四苯硼钠生成四苯硼钾沉淀。根据四苯硼钾沉淀的质量扣除氯化钾、硫酸钾的质量计算碳酸钾的含量。

A.4.1.2 试剂和材料

A.4.1.2.1 无水乙醇。

A.4.1.2.2 冰乙酸溶液：1+9。

A.4.1.2.3 四苯硼钠乙醇溶液：34 g/L。

A.4.1.2.4 四苯硼钾乙醇饱和溶液。

A.4.1.2.5 甲基红指示液：1 g/L。

A.4.1.3 仪器和设备

A.4.1.3.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径 $5\mu\text{m}\sim 15\mu\text{m}$ 。

A.4.1.3.2 电热恒温干燥箱：能控制温度 $120^{\circ}\text{C}\sim 125^{\circ}\text{C}$ 。

A.4.1.4 分析步骤

称取 0.8 g~0.85 g 于 $270^{\circ}\text{C}\sim 300^{\circ}\text{C}$ 灼烧至质量恒定的试样，精确至 0.0002 g，溶于水，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。如试验溶液浑浊，则需干过滤，弃去初始 10 mL~15 mL 滤液。用移液管移取 25 mL 试验溶液置于 100 mL 烧杯中，加 35 mL 水，1 滴甲基红指示液，用冰乙酸溶液调至红色，于水浴上加热至 40°C 。在搅拌下逐滴加入 8.5 mL 四苯硼钾乙醇溶液，放置 10 min 取下，冷至室温。用已于 $120^{\circ}\text{C}\sim 125^{\circ}\text{C}$ 下烘至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤，用四苯硼钾乙醇饱和溶液转移沉淀，并每次用 15 mL 四苯硼钾乙醇饱和溶液洗涤沉淀 3 次至 4 次，抽干。取下玻璃砂坩埚，用 2 mL 无水乙醇沿玻璃砂坩埚壁洗一次，抽干。置于电热恒温干燥箱中，于 $120^{\circ}\text{C}\sim 125^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

A.4.1.5 结果计算

碳酸钾含量以碳酸钾 (K_2CO_3) 的质量分数 w_1 计，数值以%表示，按公式 (A.1) 计算：

$$w_1 = \frac{m_1 \times 0.1928}{m(25/500)} \times 100\% - (0.9269w_4 + 0.7931w_5) \dots\dots\dots \text{(A.1)}$$

式中：

m_1 ——四苯硼钾沉淀的质量的数值，单位为克 (g)；

m ——试样质量的数值，单位为克 (g)；

0.1928——将四苯硼钾换算成碳酸钾的系数；

w_4 ——按照 A.7 测定的氯化物 (以 KCl 计) 的质量分数，以%表示；

w_5 ——按照 A.8 测定的硫化物 (以 K_2SO_4 计) 的质量分数，以%表示；

0.9269——将氯化钾换算为碳酸钾的系数；

0.7931——将硫酸钾换算为碳酸钾的系数。

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 0.3%。

A.4.2 酸碱滴定法

A.4.2.1 方法提要

碳酸钾在水溶液中呈碱性，用盐酸标准滴定溶液滴定试验溶液，根据盐酸标准滴定溶液的消耗量，并扣除碳酸钠、碳酸钙、碳酸镁的量，确定碳酸钾的含量。

A.4.2.2 试剂和材料

A.4.2.2.1 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl}) = 0.5 \text{ mol/L}$ 。

A.4.2.2.2 溴甲酚绿-甲基红混合指示液。

A.4.2.3 仪器和设备

高温炉：能控制温度在 $270^{\circ}\text{C}\sim 300^{\circ}\text{C}$ 。

A.4.2.4 分析步骤

称取约 1 g 于 $270^{\circ}\text{C}\sim 300^{\circ}\text{C}$ 灼烧至质量恒定的试样，精确至 0.0002 g。置于 250 mL 锥形瓶中，加 50 mL 水溶解。加入 5 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示液，用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由绿变为暗红色。将溶液煮沸 2 min，冷却后，继续滴定至暗红色。

同时作空白试验。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.4.2.5 结果计算

碳酸钾含量以碳酸钾 (K_2CO_3) 的质量分数 w_1 计, 数值以%表示, 按公式 (A.2) 计算:

$$w_1 = \frac{[(V - V_0)/1000]cM}{m} \times 100\% - (3.006w_2 + 5.686w_3) \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

V ——滴定试验溶液所消耗的盐酸标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升 (mL);

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的盐酸标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升 (mL);

c ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值, 单位为摩尔每升 (mol/L);

m ——试料的质量的数值, 单位为克 (g);

M ——碳酸钾 ($1/2K_2CO_3$) 摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=69.10$);

w_2 ——按照 A.5 测得的钠含量的质量分数, 以%表示;

w_3 ——按照 A.6 测得的钙、镁 (以 Mg 计) 总量的质量分数, 以%表示;

3.006——将钠换算为碳酸钾的系数;

5.686——将镁换算为碳酸钾的系数。

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 0.3%。

A.5 钠的测定

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 碳酸钾 (光谱纯) 溶液: 20 g/L。

A.5.1.2 钠标准溶液: 1 mL 溶液含钠 (Na) 0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钠标准溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

A.5.2 仪器和设备

火焰分光光度计。

A.5.3 分析步骤

A.5.3.1 工作曲线的绘制

在一系列 250 mL 的容量瓶中, 各加入 10 mL 碳酸钾溶液。再分别加入 0.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL 的钠标准溶液。用水稀释至刻度, 摇匀。使用火焰分光光度计, 在波长 589 nm 处, 以水调零, 测量发射强度。以钠含量为横坐标, 以扣除试剂空白后对应的发射强度为纵坐标绘制工作曲线。

A.5.3.2 测定

称取约 0.2 g 试样, 精确至 0.0002 g, 置于烧杯中。加少量水溶解, 转入 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。使用火焰分光光度计, 在波长 589 nm 处, 以水调零, 测量试验溶液的发射强度。

A.5.4 结果计算

钠含量以钠 (Na) 的质量分数 w_2 计, 数值以%表示, 按公式 (A.3) 计算:

$$w_2 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m(1 - w_8)} \times 100\% \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中钠的质量的数值, 单位为毫克 (mg);

m ——试料的质量的数值, 单位为克 (g);

w_8 ——按照 A.13 测定的灼烧减量, 数值以%表示。

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 0.005%。

A.6 钙、镁总量的测定

A. 6. 1 试剂和材料

A. 6. 1. 1 盐酸溶液：1+1。

A. 6. 1. 2 氨水溶液：2+3。

A. 6. 1. 3 氨-氯化铵缓冲溶液甲：pH≈10。

A. 6. 1. 4 镁标准溶液：1 mL溶液含镁（Mg）1 mg。

A. 6. 1. 5 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液： $c(\text{EDTA}) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

A. 6. 1. 6 铬黑T指示剂。

A. 6. 2 仪器和设备

微量滴定管：分度值为 0.02 mL。

A. 6. 3 分析步骤

称取约 5 g 试样，精确至 0.01 g，置于 250mL 锥形瓶中，加 90 mL 水溶解，加盐酸溶液中和至 pH≈4（以 pH 试纸检查），加热煮沸 5 min，冷却。用移液管加入 5.00 mL 镁标准溶液，用氨水调节 pH≈8（以 pH 试纸检验），加入 5 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲，加 0.1 g 铬黑 T 指示剂，摇匀。用 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由紫红变为蓝色。

同时作空白试验。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. 6. 4 结果计算

钙、镁总量以镁（Mg）的质量分数 w_3 计，数值以%表示，按公式（A.4）计算：

$$w_3 = \frac{[(V - V_0)/1000]cM}{m(1 - w_8)} \times 100\% \dots\dots\dots (\text{A.4})$$

式中：

V ——滴定试验溶液所消耗的 EDTA 标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的 EDTA 标准滴定溶液的数值，单位为毫升（mL）；

c ——EDTA 标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

w_8 ——按照 A.13 测定的灼烧减量，以%表示；

M ——镁（Mg）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=24.31$ ）。

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 0.005%。

A. 7 氯化物的测定

A. 7. 1 电位滴定法（仲裁法）

A. 7. 1. 1 试剂和材料

同 GB/T 3050—2000 的第 4 章。

A. 7. 1. 2 仪器和设备

同 GB/T 3050—2000 的第 5 章。

A. 7. 1. 3 分析步骤

称取 1.9 g~2.1 g 试样，精确至 0.01 g，置于 50 mL 烧杯中，加少量水润湿。滴加 4 mL 硝酸溶液使试料溶解，加 1 滴溴酚蓝指示剂，继续滴加硝酸溶液至试验溶液恰呈黄色，再加 15 mL 95%乙醇，以下用硝酸银标准滴定溶液[$c(\text{AgNO}_3) \approx 0.005 \text{ mol/L}$]按 GB/T 3050—2000 的 4.6 所述，从“放入电磁搅拌子……”开始操作。同时做空白试验。

空白试验溶液是在 50 mL 烧杯中，加入 4 mL 硝酸溶液，用氢氧化钠溶液调节 pH 值至中性（用 pH 试纸检验），按上述测定的“加 1 滴溴酚蓝指示剂……”开始，与试验溶液同时同样进行。

A. 7. 1. 4 结果计算

氯化物含量以氯化钾 (KCl) 的质量分数 w_4 计, 数值以%表示, 按公式 (A.5) 计算:

$$w_4 = \frac{[(V - V_0)/1000]cM}{m(1 - w_8)} \times 100\% \dots\dots\dots (A.5)$$

式中:

V ——滴定试验溶液所消耗的硝酸银标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升 (mL);

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的硝酸银标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升 (mL);

c ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值, 单位为摩尔每升 (mol/L);

m ——试料的质量的数值, 单位为克 (g);

w_8 ——按照 A.13 测定的灼烧减量, 以%表示;

M ——氯化钾 (KCl) 摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=74.55$)。

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 0.003%。

A.7.2 比浊法

A.7.2.1 试剂和材料

A.7.2.1.1 硝酸溶液: 1+1。

A.7.2.1.2 稳定剂:

量取 200 mL 丙三醇、200 mL 无水乙醇, 加入 100 mL 水, 充分混匀。

A.7.2.1.3 氯化钾标准溶液: 1 mL 该溶液含有氯化钾 (KCl) 0.10 mg;

准确称取 0.1000 g 于 500℃~600℃灼烧至质量恒定的氯化钾, 溶解于水, 转移至 1000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

A.7.2.1.4 硝酸银溶液: 17 g/L。

A.7.2.2 分析步骤

称取约 10 g 试样, 精确至 0.01 g, 溶于水, 转移至 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 备用。

用移液管移取 10 mL 试验溶液, 置于 100 mL 烧杯中, 加 10 mL 水。逐滴加入 2 mL 硝酸溶液, 加热煮沸冷却后, 移入 50 mL 比色管中, 加 1 mL 硝酸溶液, 10 mL 稳定剂, 1 mL 硝酸银溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀。放置 10 min, 与标准比浊溶液比较。

标准比浊溶液是于 50 mL 比色管中, 加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL 氯化钾标准溶液, 加 20 mL 水, 以下操作自“加 1 mL 硝酸溶液……”开始, 与试验溶液同时同样处理。

A.7.2.3 结果计算

氯化物含量以氯化钾 (KCl) 的质量分数 w_4 计, 数值以%表示, 按公式 (A.6) 计算:

$$w_4 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m(1 - w_8)(10/100)} \times 100\% \dots\dots\dots (A.6)$$

式中:

m_1 ——与试验溶液的浊度相对应的标准比浊溶液中含氯化钾质量的数值, 单位为毫克 (mg);

m ——试料质量的数值, 单位为克 (g);

w_8 ——按照 A.13 测定的灼烧减量, 以%表示。

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 0.005%。

A.8 硫化化合物的测定

A.8.1 试剂和材料

A.8.1.1 30%过氧化氢。

A.8.1.2 95%乙醇。

A. 8. 1. 3 盐酸溶液：1+11。

A. 8. 1. 4 氯化钡溶液：100 g/L。

A. 8. 1. 5 硫酸钾标准溶液：1 mL溶液含硫酸钾（K₂SO₄）0.10 mg；

准确称取 0.1000 g 经 105℃~110℃干燥至质量恒定的无水硫酸钾（K₂SO₄），溶于水，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A. 8. 2 分析步骤

称取约 10 g 试样，精确至 0.01 g，溶于水，转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用移液管移取 10.00 mL 试验溶液，置于 50 mL 烧杯中，加 2 滴 30%过氧化氢，用 15 mL 盐酸溶液中中和，加热煮沸 2 min。冷却后，转移至 50 mL 比色管中，加 2 mL 盐酸溶液，用水稀释至 40 mL，再加 5 mL 95%乙醇、3 mL 氯化钡溶液，摇匀，在 30℃~35℃水浴中保持 10 min，用水稀释至刻度，摇匀，与标准比浊溶液进行比较。

标准比浊溶液是于 4 支 50 mL 比色管中，分别加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL 硫酸钾标准溶液。各加 10 mL 水，2 滴 30%过氧化氢，自“加 2 mL 盐酸溶液……”开始与试验溶液同时同样操作。

A. 8. 3 结果计算

硫化物含量以硫酸钾（K₂SO₄）的质量分数 w_5 计，数值以%表示，按公式（A.7）计算：

$$w_5 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m(1 - w_8)(10/100)} \times 100\% \dots\dots\dots (A.7)$$

式中：

m_1 ——与试验溶液的浊度相对应的标准比浊溶液所含硫酸钾质量的数值，单位为毫克（mg）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

w_8 ——按照 A.13 测定的灼烧减量，以%表示。

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 0.002%。

A. 9 铁的测定

A. 9. 1 试剂和材料

A. 9. 1. 1 盐酸。

A. 9. 1. 2 氨水溶液：1+1。

其他同 GB/T 3049—2006 的第 4 章。

A. 9. 2 仪器和设备

分光光度计：配有 4 cm 的吸收池。

A. 9. 3 分析步骤

A. 9. 3. 1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 中 6.3 规定，选用厚度为 4 cm 比色皿及相应的铁标准溶液，绘制工作曲线。

A. 9. 3. 2 试验溶液的制备

称取约 2 g 试样，精确至 0.01g，置于 100 mL 烧杯中，加入 30 mL 水溶解，加入 4 mL 盐酸，加热煮沸 3 min，冷却。

A. 9. 3. 3 空白试验溶液的制备

在 100 mL 烧杯中，加入 30 mL 水、4 mL 盐酸，用氨水溶液调节 pH 值至中性（用 pH 试纸检验），加热煮沸 3 min，冷却。

A. 9. 3. 4 测定

将试验溶液和空白试验溶液，按 GB/T 3049—2006 的 6.4，从“加水至 60 mL……”开始进行操作。测定时选用与工作曲线相同的吸收池。

A. 9. 4 结果计算

铁含量以铁 (Fe) 的质量分数 w_6 计, 数值以%表示, 按公式 (A.8) 计算:

$$w_6 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m(1 - w_8)} \times 100\% \dots\dots\dots (A.8)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铁的质量的数值, 单位为毫克 (mg);

m_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铁的质量的数值, 单位为毫克 (mg);

m ——试料质量的数值, 单位为克 (g);

w_8 ——按照 A.13 测定的灼烧减量, 以%表示。

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 0.0005%。

A. 10 水不溶物的测定

A. 10. 1 试剂和材料

A. 10. 1. 1 酚酞指示液: 10 g/L。

A. 10. 1. 2 酸洗石棉:

取适量酸洗石棉浸泡在盐酸溶液 (1+3) 中, 煮沸 20 min, 用布氏漏斗过滤并用水洗涤至中性。再用碳酸钾溶液 (70 g/L) 浸泡并煮沸 20 min, 用布氏漏斗过滤并用水洗涤至中性, 用水调成糊状, 备用。

A. 10. 2 仪器和设备

A. 10. 2. 1 古氏坩埚: 20 mL。

A. 10. 2. 2 电热恒温干燥箱: 能控制温度 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 。

A. 10. 3 分析步骤

A. 10. 3. 1 准备过滤坩埚

将古氏坩埚置于抽滤瓶上, 在筛板上下各均匀铺一层石棉, 每层厚约 3 mm, 用蒸馏水洗至滤液不含石棉毛。将古氏坩埚移入电热恒温干燥箱内, 于 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 下烘干后称量。以后从“用蒸馏水洗至滤液不含棉毛”开始重复操作, 直至古氏坩埚质量恒定。

将古氏坩埚装置于抽滤瓶上, 用水润湿石棉层, 备用。

A. 10. 3. 2 测定

称取约 20 g 试样, 精确至 0.01 g。置于 400 mL 烧杯中, 加入 300 mL 水, 使之溶解。用已质量恒定的古氏坩埚过滤。用蒸馏水洗涤不溶物, 直到 20 mL 洗液加 2 滴酚酞后不显红色为止。将不溶物同古氏坩埚一并于 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥至质量恒定。

A. 10. 4 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_7 计, 数值以%表示, 按公式 (A.9) 计算:

$$w_7 = \frac{m_1 - m_2}{m(1 - w_8)} \times 100\% \dots\dots\dots (A.9)$$

式中:

m_2 ——古氏坩埚质量的数值, 单位为克 (g);

m_1 ——古氏坩埚与不溶物质量的数值, 单位为克 (g);

m ——试料的质量的数值, 单位为克 (g);

w_8 ——按照 A.13 测定的灼烧减量, 数值以%表示。

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不大于 0.005%。

A. 11 重金属 (以Pb计) 的测定

A 管：在 50 mL 比色管中，移取 1.00 mL 铅标准溶液[1 mL 溶液含铅(Pb)0.01 mg]，加水至 25 mL。

B 管和 C 管：各称取 1.00 g±0.01 g 试样，置于 50 mL 比色管中，加入 21 mL 水溶解。滴加约 4 mL 盐酸溶液 (1+1)，待溶液不发生气泡时，向 C 管中用移液管移入 1.00 mL 铅标准溶液。

以下按 GB/T 5009.74—2003 的第 6 章进行测定。

A. 12 砷的测定

称取 1.00 g±0.01 g 试样，置于测砷装置的锥形瓶中，加入 25 mL 水使试样溶解。滴加盐酸中和至溶液不发生气泡（约 1.5 mL 盐酸），再加入 5 mL 盐酸，做为试验溶液。

限量标准溶液的配制：用移液管移取 2.00 mL 砷标准溶液[1 mL 溶液含砷 (As) 1.00 μmg]，以下按 GB/T 5009.76—2003 的第 11 章操作，从“分别置于锥形瓶中……”开始测定。

A. 13 灼烧减量的测定

A. 13.1 仪器和设备

高温炉：能控制温度 270℃~300℃。

A. 13.2 分析步骤

于 270℃~300℃灼烧至质量恒定的瓷坩埚中称取约 5 g 试样，精确至 0.0002 g。置于高温炉中，于 270℃~300℃灼烧至质量恒定。

A. 13.3 结果计算

灼烧减量以质量分数 w_8 计，数值以%表示，按公式 (A.10) 计算：

$$w_8 = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.10)$$

式中：

m_1 ——灼烧后试料的质量的数值，单位为克 (g)；

m ——灼烧前试料的质量的数值，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 0.05%。