



中华人民共和国国家标准

GB 25582—2010

食品安全国家标准
食品添加剂 硅酸钙铝

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 硅酸钙铝

1 范围

本标准适用于以水玻璃法制备的食品添加剂硅酸钙铝。

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 组分物质的量比

$\text{Al}_2\text{O}_3/\text{CaO}/\text{SiO}_2$ 物质的量比（摩尔比）近似为1:9:12。

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	

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
二氧化硅 (SiO_2), w/%	44.0~50.0	附录 A 中 A.4
三氧化二铝 (Al_2O_3), w/%	3.0~5.0	附录 A 中 A.5
氧化钙 (CaO), w/%	32.0~38.0	附录 A 中 A.6
氧化钠 (Na_2O), w/%	0.5~4.0	附录 A 中 A.7
灼烧减量, w/%	14.0~18.0	附录 A 中 A.8
氟化物 (以 F 计) /(mg/kg)	≤ 50	附录 A 中 A.9
铅 (Pb) /(mg/kg)	≤ 5	附录 A 中 A.10
砷 (As) /(mg/kg)	≤ 3	附录 A 中 A.11
重金属 (以 Pb 计) /(mg/kg)	≤ 10	附录 A 中 A.12
干燥减量, w/%	≤ 10.0	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需要使用一些强酸，使用时须小心谨慎，避免溅到皮肤上！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。在使用挥发性酸时，需在通风橱中进行。

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 硅酸根的鉴别

将 0.5 g 试样与 2.5 g 无水碳酸钾混合，在电炉上于铂坩埚内加热至混合物熔融，冷却，加入 5 mL 水，静置 3 min，将坩埚加微热，加入 50 mL 水溶解。完全转移至烧杯中，滴加盐酸溶液 (1+1) 至无气泡产生，加入 10 mL 盐酸，在蒸汽浴上蒸干，冷却。加入 20 mL 水，煮沸后过滤，不溶的凝胶状残留物用于硅的鉴别。滤液为试验溶液 A，用于铝的鉴别。

将凝胶状残留物移至铂坩埚，小心加入 5 mL 氢氟酸。沉淀溶解。加热，在坩埚上方的蒸汽中放入一根蘸有一滴水的玻璃棒，水滴变浑浊。

A.3.2 铝离子的鉴别

在试验溶液 A (A.3.1) 中滴加氨水溶液 (1+1)，生成白色胶状沉淀，加入过量的氨水溶液，沉淀不溶解。滴加氢氧化钠溶液 (40 g/L) 生成白色胶状沉淀，加入过量时沉淀溶解。

A.3.3 钙离子的鉴别

取试样少许，加盐酸溶液 (1+2) 溶解后，以酚酞溶液 (10 g/L) 作指示液，用氨水溶液 (1+3) 调至中性，加入乙酸铵溶液 (35 g/L) 即产生白色沉淀，此沉淀能溶解于盐酸溶液 (1+2)，而不溶于冰乙酸。

A.4 二氧化硅的测定

A.4.1 方法提要

样品中二氧化硅与氢氟酸形成挥发物，经灼烧挥发，通过测定灼烧前后的质量差值计算二氧化硅的含量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 高氯酸。

A.4.2.2 盐酸。

A.4.2.3 硫酸。

A.4.2.4 氢氟酸。

A.4.3 仪器和设备

高温炉：温度可保持在 $900\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A.4.4 分析步骤

称取约 0.5 g 已于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘 2 h 的试样，精确至 0.0002 g，放入 200 mL 烧杯中，用少量水冲洗烧杯壁。加入 30 mL 高氯酸和 15 mL 盐酸，在通风橱加热板上加热直至生成白色烟雾，冷却后加入 15 mL 盐酸，再次加热至生成白色烟雾。蒸发至约剩 10 mL 溶液，冷却，加入 70 mL 水，使用滤纸过滤，并用热水冲洗滤纸和沉淀。保留此滤液定为滤液 A，用于氧化钙的测定。

将滤纸和沉淀移入铂坩埚中，小火灰化后，于高温炉中 $900\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灼烧至质量恒定，并称其质量。用水润湿残留物后，加入 8 滴硫酸和 15 mL 氢氟酸，在加热板上加热至白色烟雾产生。蒸至近干，冷却后加入 5 mL 水、3 滴硫酸和 10 mL 氢氟酸，在加热板上蒸发至近干后，在电炉上加热至白色烟雾赶净。将坩埚再于 $900\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灼烧至质量恒定。加入氢氟酸后的质量损失就是试样中二氧化硅的质量。保留此残余物 B 用于三氧化二铝测定。

A.4.5 结果计算

二氧化硅含量以二氧化硅 (SiO_2) 的质量分数 w_1 计，数值以%表示，按公式 (A.1) 计算：

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中：

m_1 ——第一次灼烧至质量恒定后坩埚和沉淀物的质量的数值，单位为克 (g)；

m_2 ——第二次 (加入氢氟酸处理后) 灼烧至质量恒定后坩埚和沉淀物的质量的数值，单位为克 (g)；

m ——试样质量的数值，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.5 三氧化二铝的测定

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 焦硫酸钾。

A.5.1.2 氨水。

A.5.1.3 盐酸：1+1。

A.5.1.4 氯化铵溶液：20 g/L。

A.5.1.5 溴百里香酚蓝指示液：1 g/L。

A.5.2 分析步骤

将测定二氧化硅后的残余物 B (A.4.4) 与 2 g 焦硫酸钾置于灼烧至质量恒定的铂坩埚中，在高温炉中逐渐升温至 $650\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 熔融 5 min~10 min。冷却，加盐酸溶液 20 mL，微热浸出熔块并溶解，完全转移至 500 mL 烧杯中，用热水洗净铂坩埚并将洗液并入烧杯中。加水稀释至 350 mL~400 mL，加入 5 滴溴百里香酚蓝指示液，加热至微沸，取下，冷却，滴加氨水直至蓝色出现，煮沸 5 min，去除氨气。用定量滤纸过滤，并用 6 份热的氯化铵溶液冲洗滤纸和沉淀，将滤纸和沉淀移入铂坩埚，于 $900\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧至质量恒定。

A.5.3 结果计算

三氧化二铝含量以三氧化二铝 (Al_2O_3) 的质量分数 w_2 计, 数值以%表示, 按公式 (A.2) 计算:

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

式中:

m_1 ——于 $900\text{ }^\circ\text{C} \pm 25\text{ }^\circ\text{C}$ 灼烧至质量恒定的铂坩埚和沉淀物的质量的数值, 单位为克 (g);

m_2 ——铂坩埚的质量的数值, 单位为克 (g);

m ——试样质量 (A.4.4) 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.6 氧化钙的测定

A.6.1 试剂和材料

A.6.1.1 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH}) = 1\text{ mol/L}$ 。

A.6.1.2 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA}) = 0.02\text{ mol/L}$ 。

A.6.1.3 羟基萘酚蓝指示剂。

A.6.2 分析步骤

将制备的滤液 A (A.4.4), 置于 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。移取 50.00 mL 上述溶液置于 250 mL 锥形瓶中, 在搅拌下加入 15 mL 氢氧化钠溶液和 300 mg 羟基萘酚蓝指示剂, 用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液呈蓝色为终点。同时同样处理空白试验溶液。

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.6.3 结果计算

氧化钙含量以氧化钙 (CaO) 的质量分数 w_3 计, 数值以%表示, 按式 (A.3) 计算:

$$w_3 = \frac{[(V - V_0)/1000]cM}{m \times 50/500} \times 100\% \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

V ——滴定试验溶液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);

c ——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);

M ——氧化钙 (CaO) 的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=56.08$);

m ——试样的质量 (A.4.4) 的数值, 单位为克 (g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果, 平行测定结果的绝对差值不大于 0.1%。

A.7 氧化钠的测定

A.7.1 试剂和材料

A.7.1.1 高氯酸。

A.7.1.2 氢氟酸。

A.7.1.3 盐酸。

A. 7.1.4 钠标准液：1 mL 溶液含钠 (Na) 0.1 mg。

移取 10.00 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。该溶液使用前制备。

A. 7.1.5 硫酸钠标准溶液：1 mL 溶液含硫酸钠 (Na₂SO₄) 100 mg。

称取 10.00 g 经 95 °C~105 °C 干燥 2 h，并冷却至室温的无水硫酸钠，溶于水，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，置于冰箱中保存，备用。

A. 7.1.6 二级水：符合 GB/T 6682—2008 中规定。

A. 7.2 仪器和设备

A. 7.2.1 火焰光度计。

A. 7.2.2 电导仪。

A. 7.3 分析步骤

A. 7.3.1 矫正硫酸钠的测定

A. 7.3.1.1 试样溶液的制备

称取 12.5 g 已于 105 °C ± 2 °C 烘 2 h 的试样，精确至 0.0002 g，置于 400 mL 烧杯中加水 240 mL，高速搅拌至少 5 min。将混合物完全转移至 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度。

A. 7.3.1.2 标准溶液的制备

移取硫酸钠标准溶液 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL，分别置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A. 7.3.1.3 测定

用电导仪检测试验溶液和标准溶液。以电导率为纵坐标、硫酸钠的质量 (mg) 为横坐标，绘制工作曲线。

A. 7.3.1.4 矫正硫酸钠含量的结果计算

矫正硫酸钠含量以氧化钠 (Na₂O) 质量分数 w' 计，数值以 % 表示，按公式 (A.4) 计算：

$$w' = \frac{m_1 \times 0.437 / 10^3}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.4)$$

式中：

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

m ——试料的质量的数值，单位为克 (g)；

0.437——将硫酸钠换算为氧化钠的系数。

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 0.05%。

A. 7.3.2 试样溶液的制备：

称取约 0.5 g 已于 105 °C ± 2 °C 烘 2 h 的试样，精确至 0.0002 g，放入铂坩埚中，用 8 滴至 10 滴水润湿。加入 15 mL 高氯酸和 10 mL 氢氟酸，在通风橱加热板上加热直至生成大量高氯酸白色烟雾，蒸至近干，冷却后加入 10 mL 氢氟酸，再次加热至生成密集白色烟雾，蒸至近干，加入 4 mL 盐酸加热溶解，用热水洗净铂坩埚并将洗液并入容量瓶中，冷却后完全转移至 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。移取上述溶液 10.00 mL 置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。同时同样处理空白试验溶液。

A. 7.3.3 空白试验溶液制备

空白试验溶液除不加试样外，其他操作及加入试剂的种类和量与测定试验相同。

A.7.3.4 标准溶液的制备

移取钠标准液0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL，分别置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A.7.3.5 测定

将试验溶液、空白试验溶液和标准溶液，于波长589 nm处，以水调零点，测定谱线强度。以钠的质量（mg）为横坐标，对应的谱线强度为纵坐标，绘制工作曲线。

A.7.4 结果计算

氧化钠含量以氧化钠（Na₂O）质量分数 w_4 计，数值以%表示，按公式（A.5）计算：

$$w_4 = \frac{(m_1 - m_0) \times 1.348 / 10^3}{m \times 10 / 500} \times 100\% - w' \dots\dots\dots (A.5)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中钠的质量的数值，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）；

1.348——将钠换算为氧化钠的系数；

w' ——按 A.7.3.1 测定的矫正硫酸钠的质量分数，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 0.1%。

A.8 灼烧减量的测定

A.8.1 仪器和设备

A.8.1.1 高温炉：能控制温度1000 °C ± 50 °C。

A.8.1.2 瓷坩埚。

A.8.2 分析步骤

使用 1000 °C ± 50 °C 下烘至质量恒定的瓷坩埚，称取约 5 g 试样，精确至 0.0002 g。于 1000 °C ± 50 °C 高温炉中灼烧至质量恒定，冷却后称其质量。

A.8.3 结果计算

灼烧减量以质量分数 w_5 计，数值以%表示，按公式（A.9）计算：

$$w_5 = \frac{m - (m_3 - m_1)}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.9)$$

式中：

m_1 ——瓷坩埚质量的数值，单位为克（g）；

m_3 ——1000 °C ± 50 °C 高温炉中灼烧至质量恒定后瓷坩埚及试样质量的数值，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 0.2%。

A.9 氟化物的测定

A.9.1 试剂和材料

同 GB/T 5009.18—2003 的第 11 章。

A.9.1.1 盐酸溶液：1+11。

A.9.1.2 乙酸钠溶液（3 mol/L）：

称取 204g 乙酸钠（ $\text{CH}_3\text{COONa}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ），溶于 300 mL 水中，加乙酸（1 mol/L）调节 pH 至 7.0，加水稀释至 500 mL。

A.9.1.3 柠檬酸钠溶液（0.75 mol/L）：

称取 110 g 柠檬酸钠（ $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ），溶于 300 mL 水中，加 14 mL 高氯酸，再加水稀释至 500 mL。

A.9.1.4 总离子强度缓冲剂：

乙酸钠溶液（A.9.1.2）和柠檬酸钠溶液（A.9.1.3）等体积混合，即用即配。

A.9.1.5 氟化物标准溶液：1mL 溶液含氟（F）0.01 mg；

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 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。该溶液使用前制备。

A.9.2 仪器和设备

同 GB/T 5009.18—2003 的第 12 章。

A.9.3 分析步骤

A.9.3.1 称取约 2 g 试样，精确至 0.0002 g，置于具塞锥形瓶中，加 20 mL 盐酸溶液溶解，密闭浸泡提取 1 h（不时轻轻摇动），应尽量避免试样沾于瓶壁上。将溶液过滤至 50 mL 容量瓶中，分两次用热水清洗锥形瓶（尽量使不溶物留在锥形瓶内），每次 10 mL 水量，最后用 10 mL 热水清洗滤纸，滤液并入 50 mL 容量瓶中。冷却后用水稀释至刻度，摇匀。

用移液管移取 25.00 mL 上述溶液，置于 50 mL 容量瓶中，加 20 mL 总离子强度缓冲剂，加水至刻度，摇匀，备用。

A.9.3.2 分别移取 1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 氟化物标准溶液，置于 50 mL 容量瓶中，加 10 mL 盐酸溶液和 20 mL 总离子强度缓冲剂，加水至刻度，摇匀，备用。

A.9.3.3 将氟电极和甘汞电极与测量仪器的负端、正端联接。电极插入盛有水的塑料烧杯中，杯中放有磁性搅拌子，打开电磁搅拌和测量仪器，读取平衡电位值，更换 2 次~3 次水，待电位值达到电极说明书中规定的要求后，即可进行试样溶液和标准溶液的电位测定。

A.9.3.4 以电极电位为纵坐标，氟的质量为横坐标，使用半对数坐标纸绘制工作曲线，根据试样电位值在工作曲线上查出相应的氟的质量。

A.9.4 结果计算

氟化物含量以氟（F）的质量分数 w_6 计，数值以 % 表示，按公式（A.6）计算：

$$w_6 = \frac{m_1}{m \times 10^{-3} \times 25/50} \times 100\% \dots\dots\dots (\text{A.6})$$

式中：

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

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

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 5%。

A. 10 铅的测定

A. 10.1 试剂和材料

A. 10.1.1 4-甲基戊酮-2 (MIBK)。

A. 10.1.2 盐酸溶液：1+20。

A. 10.1.3 氨水溶液：1+1。

A. 10.1.4 硫酸铵溶液：300 g/L。

称取 30g 硫酸铵〔(NH₄)₂SO₄〕，用水溶解并加水至 100 mL。

A. 10.1.5 柠檬酸铵溶液：250 g/L。

称取 25g 柠檬酸铵，用水溶解并加水至 100 mL。

A. 10.1.6 二乙基二硫代氨基甲酸钠 (DDTC) 溶液：50 g/L。

称取 5g 二乙基二硫代氨基甲酸钠，用水溶解并加水至 100 mL。

A. 10.1.7 铅标准溶液：1mL溶液含铅 (Pb) 0.001 mg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液，置于 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液使用前制备。

A. 10.1.8 溴百里酚蓝水溶液：1 g/L。

A. 10.1.9 二级水：符合 GB/T 6682—2008 中规定。

A. 10.2 仪器和设备

原子吸收分光光度计。

A. 10.3 分析步骤

A. 10.3.1 试验溶液的制备

称取 10.00 g±0.01 g 试样，置于 250 mL 烧杯中，加入 50 mL 盐酸溶液，盖上表面皿，缓慢加热至沸，并保持沸腾 15 min，冷却，静置使不溶物沉降。将溶液过滤至 100 mL 容量瓶中，分三次用热水清洗烧杯（尽量使不溶物留在烧杯内），每次 10 mL 水量，最后用 15 mL 热水清洗滤纸，滤液并入 100 mL 容量瓶中。冷却后用水稀释至刻度，摇匀，备用，保留此溶液定为滤液 C，用于铅含量、砷含量、重金属含量的测定。

移取 10.00 mL 滤液 C，置于 125 mL 分液漏斗中，补加水至 60 mL。加 2 mL 柠檬酸铵溶液，3 滴～5 滴溴百里酚蓝指示液，用氨水调 pH 至溶液由黄变蓝，加 10 mL 硫酸铵溶液，10 mL 二乙基二硫代氨基甲酸钠 (DDTC) 溶液，摇匀。放置 5 min 左右，加入 10.00 mL 4-甲基戊酮-2 (MIBK)，剧烈振摇提取 1 min，静置分层后，弃去水层，将 4-甲基戊酮-2 (MIBK) 层放入 10 mL 带塞刻度管中，备用。同时同样处理空白试验溶液。

空白试验除不加试样外，其他操作及加入试剂的种类和量与测定试验相同。

A. 10.3.2 标准参比溶液的制备

分别移取 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 铅标准使用溶液，置于 5 个 125 mL 分液漏斗中，各加入 5 mL 盐酸溶液，从“补加水至 60 mL……”开始与试验溶液同时同样处理。

A. 10.3.3 测定

将试验溶液和标准溶液，于波长 283.3 nm 处，以水调零点，测定吸光度。以铅的质量 (mg) 为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

A. 10.4 结果计算

铅含量以铅 (Pb) 的质量分数 w_7 计, 数值以 mg/kg 表示, 按公式 (A.7) 计算:

$$w_7 = \frac{m_1 - m_0}{m \times 10^{-3} \times 10/100} \dots\dots\dots (A.7)$$

式中:

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

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

m ——试料的质量的数值, 单位为克 (g)。

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 1 mg/kg。

A. 11 砷的测定

A. 11.1 试剂和材料

同 GB/T 5009.76—2003 的第 9 章。

A. 11.2 仪器和设备

同 GB/T 5009.76—2003 的第 10 章。

A. 11.3 分析步骤

移取 10.00 mL 滤液 C (A.10.3.1), 置于测砷装置的锥形瓶中, 以下按 GB/T 5009.76—2003 第 11 章操作。

限量标准溶液的配制: 移取 3.00 mL 砷标准溶液 (1 mL 溶液含有 1.0 μ g As), 与试样同时同样处理。

A. 12 重金属 (以Pb计) 的测定

A. 12.1 试剂

A. 12.1.1 盐酸溶液: $c(\text{HCl}) \approx 0.5 \text{ mol/L}$ 。

A. 12.1.2 盐酸溶液: 1+20。

A. 12.1.3 氨水溶液: 1+3。

A. 12.1.4 硝酸溶液: 1+9。

A. 12.1.5 酚酞指示液。

A. 12.1.6 硫化钠甘油溶液。

A. 12.1.7 乙酸盐缓冲溶液: $\text{pH} \approx 3.5$ 。

称取 25.0 g 乙酸铵溶于 25 mL 水中, 加 45 mL 盐酸溶液 (A.12.1.1), 用盐酸溶液 (A.12.1.2) 或氨水溶液调节 pH 值至 3.5 (pH 计), 用水稀释至 100 mL。

A. 12.1.8 铅标准溶液: 1 mL 溶液含铅 (Pb) 0.001 mg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液, 置于 1000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。该溶液使用前制备。

A. 12.2 分析步骤

A. 12.2.1 A管: 准确移取 10.00 mL 铅标准溶液置于 50 mL 比色管中, 加入 5 mL 盐酸溶液 (A.12.1.2), 加水至 25 mL, 加入 1 滴酚酞指示液, 滴加盐酸溶液 (A.12.1.2) 或氨水溶液使溶液粉红色恰好褪去, 再加入 5 mL 乙酸盐缓冲溶液, 混匀, 备用。

A. 12. 2. 2 B、C管：用移液管分别移取10.00 mL滤液C (A.10.3.1) 置于两支50 mL比色管中，各加入1滴酚酞指示液，滴加氨水溶液至粉红色后，再滴加盐酸溶液 (A.12.1.2) 中和至溶液粉红色褪去，加水至25 mL，摇匀。C管中加入10.00 mL铅标准溶液。B、C管分别再加入5 mL乙酸盐缓冲溶液，混匀，备用。

A. 12. 2. 3 限量比色：向各管中加入2滴硫化钠甘油溶液，并加水至50 mL刻度，混匀，于暗处放置5 min后，在白色背景下观察，B管的色度不得深于A管的色度，C管的色度应与A管的色度相当或深于A管的色度。

A. 13 干燥减量的测定

A. 13. 1 仪器和设备

A. 13. 1. 1 电热恒温干燥箱：能控制温度 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A. 13. 1. 2 瓷坩埚。

A. 13. 2 分析步骤

使用 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下烘至质量恒定的瓷坩埚，称取约5 g试样，精确至0.0002 g。于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热恒温干燥箱中烘2 h，冷却后称其质量。

A. 13. 3 结果计算

干燥减量以质量分数 w_8 计，数值以%表示，按公式 (A.8) 计算：

$$w_8 = \frac{m - (m_2 - m_1)}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.8)$$

式中：

m_1 ——瓷坩埚质量的数值，单位为克 (g)；

m_2 —— $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下烘2 h后瓷坩埚及试样质量的数值，单位为克 (g)；

m ——试样质量的数值，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0.2%。