

中华人民共和国化工行业标准

HG 2452—93

食品添加剂 碳酸钾

1 主题内容与适用范围

本标准规定了食品添加剂碳酸钾的技术要求,试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。
本标准适用于电解碳化法、离子交换法等工艺制得的食品添加剂碳酸钾。该产品用于食品中作膨松剂。

分子式: K_2CO_3

相对分子质量: 138.21(按 1989 年国际相对原子质量)

2 引用标准

- GB 191 包装储运图示标志
- GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 3049 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法
- GB/T 3050 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 8450 食品添加剂中砷的测定方法
- GB 8451 食品添加剂中重金属限量试验方法
- GB 8946 塑料编织袋
- GB 10454 柔性集中袋

3 技术要求

3.1 外观: 白色粉末或颗粒状结晶。

3.2 食品添加剂碳酸钾应符合下表要求:

项 目	指 标	%
碳酸钾(K_2CO_3)含量(灼烧后)	\geq	99.0
氯化物(以 KCl 计)含量	\leq	0.01
硫化合物(以 K_2SO_4 计)含量	\leq	0.01
铁(Fe)含量	\leq	0.001 0
水不溶物含量	\leq	0.02

中华人民共和国化学工业部 1993-07-05 批准

1994-01-01 实施

续表		%
项 目		指 标
重金属(以 Pb 计)含量	≤	0.002
砷(As)含量	≤	0.000 3
灼烧失量	≤	0.60

注：灼烧失量指标仅适用于产品包装时检验用。

4 试验方法

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 6682 中规定的三级水。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、试剂及制品,在没有注明其他规定时,均按 GB 601、GB 602、GB 603 规定制备。

4.1 鉴别

4.1.1 试剂和材料

4.1.1.1 盐酸(GB 622);

4.1.1.2 无水乙醇(GB 678);

4.1.1.3 氧化钙(GB 1262)饱和溶液;

配制：称取 3g 氧化钙放入 1 000mL 水中,经剧烈搅拌或振摇后,放置澄清,取澄清液备用。

4.1.1.4 硫酸镁(GB 671)溶液：120g/L;

4.1.1.5 四苯硼钠(HG 3—1164)乙醇溶液：34g/L;

配制：称取 3.4g 四苯硼钠,溶于 100mL 无水乙醇中,必要时过滤后备用。

4.1.1.6 红色石蕊试纸。

4.1.2 鉴别方法

4.1.2.1 碳酸盐

a. 取 50mL 1g/mL 试验溶液,置于 250mL 锥形瓶中,滴加盐酸,即放出气体。将此气体导入氧化钙饱和溶液中,发生白色浑浊。

b. 取适量 1g/mL 试验溶液,滴加硫酸镁溶液,即发生白色沉淀。

4.1.2.2 钾盐

a. 取适量 1g/mL 试验溶液,加入四苯硼钠溶液,即有大量白色沉淀生成。

b. 取适量 1g/mL 试验溶液置于锥形瓶中,将锥形瓶置于电炉上加热,放于瓶口处的湿的红色石蕊试纸应不变色。

4.2 碳酸钾含量的测定

4.2.1 四苯硼钾重量法(仲裁法)

4.2.1.1 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。

4.2.1.2 试剂和材料

4.2.1.2.1 无水乙醇(GB 678);

4.2.1.2.2 冰乙酸(GB 676)溶液：1+9;

4.2.1.2.3 四苯硼钠(KG 3-1164)乙醇溶液：34g/L;

配制：称取 3.4g 四苯硼钠,溶于 100mL 无水乙醇(4.2.1.2.1)中,必要时过滤后备用。

4.2.1.2.4 四苯硼钾;

制备：称取 0.2g 碳酸钾(GB 1397)，精确至 0.000 1g。溶于 300mL 水中，加入 5 滴甲基红指示液，用乙酸溶液调至红色，于水浴上加热到 40℃，在搅拌下加入 45mL 四苯硼钠乙醇溶液，放置 10min 取下。冷至室温，用清洁的坩埚式过滤器抽滤，用 5% 的乙醇溶液洗涤、转移沉淀，抽干；取下坩埚式过滤器，用 10mL 无水乙醇分 5 次沿坩埚式过滤器壁洗涤，抽干。

4.2.1.2.5 四苯硼钾乙醇饱和溶液；

配制，将制得的四苯硼钾，加入 50mL 95% 乙醇(GB 679)，950mL 水，充分振荡使之饱和。使用前干过滤。

4.2.1.2.6 甲基红(HG 3-958)乙醇溶液：1g/L。

4.2.1.3 仪器、设备

4.2.1.3.1 坩埚式过滤器：滤板孔径 5~15μm。

4.2.1.4 分析步骤

称取 0.8~0.85g 于 270~300℃ 灼烧至恒重的试样；精确至 0.000 2g，溶于水，移入 500mL 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 10~15mL 滤液。用移液管移取 25mL 试验溶液置于 100mL 烧杯中，加 35mL 水，1 滴甲基红指示液，用乙酸溶液调至红色，于水浴上加热至 40℃，在搅拌下逐滴加入 8.5mL 四苯硼钠乙醇溶液，放置 10min 取下，冷至室温。用已于 120~125℃ 下烘至恒重的坩埚式过滤器抽滤，用四苯硼钾乙醇饱和溶液转移沉淀，并每次用 15mL 四苯硼钾乙醇饱和溶液洗涤沉淀 3 至 4 次抽干。取下坩埚式过滤器，用 2mL 无水乙醇沿坩埚式过滤器壁洗一次，抽干，于 120~125℃ 下干燥至恒重。

4.2.1.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的碳酸钾(K₂CO₃)含量(X₁)按式(1)计算：

$$X_1 = \frac{m_1 \times 0.1928}{m \times \frac{25}{500}} \times 100 - (0.9269X_4 + 0.7931X_5) \\ = \frac{385.6m_1}{m} - (0.9269X_4 + 0.7931X_5) \dots\dots\dots (1)$$

式中：m₁——四苯硼钾沉淀的质量，g；

m——试料的质量，g；

0.1928——将四苯硼钾换算成碳酸钾的系数；

X₄——按照本标准第 4.5 条测定的氯化物(以 KCl 计)的含量，%；

X₅——按照本标准第 4.6 条测定的硫化物(以 K₂SO₄ 计)的含量，%；

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。

4.2.1.6 允许差

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%。

4.2.2 酸碱滴定法

4.2.2.1 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，扣除碳酸钠、碳酸钙、碳酸镁的消耗量，确定碳酸钾的含量。

4.2.2.2 试剂和材料

4.2.2.2.1 盐酸(GB 622)标准滴定溶液：c(HCl)约为 0.5mol/L；

4.2.2.2.2 溴甲酚绿(HG 3-1226)-甲基红(HG 3-958)混合指示液。

4.2.2.3 仪器、设备

4.2.2.3.1 高温炉：能控制在 270~300℃ 工作。

4.2.2.4 分析步骤

称取约 1g 于 270~300℃ 灼烧至恒重的试样,精确至 0.000 2g。置于 250mL 锥形瓶中,加 50mL 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 2min,冷却后,继续滴定至暗红色,同时作空白试验。

4.2.2.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的碳酸钾(K_2CO_3)含量(X_1)按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{(V-V_0)c \times 0.06910}{m} \times 100 - 3.006X_2 - 5.686X_3$$

$$= \frac{6.910(V-V_0)c}{m} - 3.006X_2 - 5.686X_3 \dots\dots\dots (2)$$

式中: V ——滴定试验溶液所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

c ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料的质量, g;

0.069 10——与 1.00mL 盐酸标准滴定溶液 [$c(HCl) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的碳酸钾的质量;

X_2 ——按照本标准第 4.3 条测得的钠含量, %;

X_3 ——按照本标准第 4.4 条测得的钙、镁(以 Mg 计)的含量, %;

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。

4.2.2.6 允许差

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%。

4.3 钠含量的测定

4.3.1 方法提要

钠在高温火焰中发射具有确定波长的特征光,其光强度与试验溶液中钠离子浓度成正比。通过测量发射光的强度测定试样中钠的含量。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 碳酸钾(光谱纯)溶液: 20g/L;

4.3.2.2 钠标准溶液: 1mL 溶液含有 0.1mgNa。

4.3.3 仪器、设备

4.3.3.1 火焰光度计。

4.3.4 工作曲线的绘制

在一系列 250mL 的容量瓶中,各加入 10mL 碳酸钾溶液。再分别加入 0.00、2.50、5.00、10.00mL 的钠标准溶液。用水稀释至刻度,摇匀。使用火焰光度计,在波长 589nm 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。

4.3.5 分析步骤

称取约 0.2g 试样,精确至 0.000 2g,置于烧杯中。加少量水溶解,转入 250mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。使用火焰光度计,在波长 589nm 处,以水调零,测量试验溶液的发射强度。

4.3.6 分析结果的表述

以质量百分数表示的钠(Na)含量(X_2)按式(3)计算:

$$X_2 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m(1-X_3)} \times 100$$

$$= \frac{m_1}{10m(1-X_3)} \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中钠的质量, mg;

m ——试料的质量, g;

X_8 ——按照本标准第 4.11 条测定的灼烧失量, %。

4.3.7 允许差

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%。

4.4 钙、镁总量的测定

4.4.1 方法提要

当 $\text{pH} \approx 10$ 时, 在氨-氯化铵缓冲溶液中, Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 与 EDTA 生成络合物。根据 EDTA 标准滴定溶液的消耗量确定钙、镁总量。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 盐酸(GB 622)溶液: 1+1;

4.4.2.2 氨水(GB 631)溶液: 2+3;

4.4.2.3 氨-氯化铵缓冲溶液甲: $\text{pH} \approx 10$;

4.4.2.4 镁标准溶液: 1mL 溶液含有 1 mg Mg;

配制: 称取 1.660g 于 800°C 灼烧至恒重的氧化镁, 溶于 25mL 盐酸及少量水中, 移入 1 000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.4.2.5 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)(GB 1401)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})$ 约为 0.05mol/L;

4.4.2.6 铬黑 T 指示剂。

4.4.3 仪器、设备

4.4.3.1 微量滴定管: 分度值为 0.02mL。

4.4.4 分析步骤

称取约 5g 试样, 精确至 0.01g; 置于 250mL 锥形瓶中, 加 90mL 水溶解; 加盐酸溶液中和至 $\text{pH} \approx 4$ 时(以 pH 试纸检查), 加热煮沸 5min, 冷却。用移液管移取 5.00mL 镁标准溶液, 用氨水调节 $\text{pH} \approx 8$ (以 pH 试纸检验); 加入 5mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲, 加 0.1g 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。

除不加试样外, 与试样同时同条件下做空白试验。

4.4.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的钙、镁(以 Mg 计)总量(X_3)按式(4)计算:

$$X_3 = \frac{(V - V_0)c \times 0.02431}{m(1 - X_8)} \times 100$$

$$= \frac{2.431(V - V_0)c}{m(1 - X_8)} \dots \dots \dots (4)$$

式中: V ——滴定试验溶液所消耗的 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

c ——EDTA 标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料的质量, g;

X_8 ——按照本标准第 4.11 条测定的灼烧失量, %;

0.02431——与 1.00mLEDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的镁的质量。

4.4.6 允许差

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%。

4.5 氯化物含量的测定

4.5.1 方法提要

同 GB 3050 第 2 条。

4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 氯化钾(GB 10736)标准溶液: $c(\text{KCl}) = 0.005 \text{ mol/L}$;

配制：称取 1.864g 于 500~600℃ 灼烧至恒重的基准氯化钾，精确至 0.001g。置于烧杯中，加水溶解，全部移入 500mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

用移液管移取 10mL 溶液置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.5.2.2 硝酸银(GB 670)标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3)$ 约为 0.005mol/L。

配制：用移液管移取 5mL 按 GB 601 配制的硝酸银标准滴定溶液，置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

其他同 GB 3050 第 4 条。

4.5.3 仪器、设备

同 GB 3050 第 3 条。

4.5.4 分析步骤

称取 1.9~2.1g 试样，精确至 0.01g，置于 50mL 烧杯中，加少量水润湿。滴加 4mL 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 15mL 乙醇，以下操作按 GB 3050 第 4.7.3 条所述，从“……放入电磁搅拌子……”至“……记录起始电位值……”。然后，用硝酸银标准滴定溶液进行滴定，先加入 0.5mL，再逐次加入 0.1mL，以下按 GB 3050 第 4.7.3 条所述从“记录每次加入硝酸银标准溶液后的总体积……”开始进行操作。

4.5.5 空白试验

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

4.5.6 分析结果的表述

以质量百分数表示的氯化物(以 KCl 计)含量(X_4)按式(5)计算：

$$X_4 = \frac{(V_4 - V_5)c \times 0.07455}{m(1 - X_8)} \times 100$$

$$= \frac{7.455(V_4 - V_5)c}{m(1 - X_8)} \dots\dots\dots (5)$$

式中： V_4 ——滴定试验溶液所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积，mL；

V_5 ——滴定空白试验溶液所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积，mL；

c ——硝酸银标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m ——试料的质量，g；

X_8 ——按照本标准第 4.11 条测定的灼烧失量，%；

0.07455——与 1.00mL 硝酸银标准滴定溶液 [$c(\text{AgNO}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氯化钾的质量。

4.5.7 允许差

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%。

4.6 硫化物含量的测定

4.6.1 方法提要

用过氧化氢将碳酸钾中硫化物全部转化为硫酸盐；在盐酸介质中，硫酸根离子与钡离子生成硫酸钡沉淀。将悬浮液与标准比浊溶液比较，从而确定硫化物含量。

4.6.2 试剂和材料

4.6.2.1 30%过氧化氢(GB 6684)；

4.6.2.2 95%乙醇(GB 679)；

4.6.2.3 盐酸(GB 622)溶液：1+11；

4.6.2.4 氯化钡(GB 652)溶液：100g/L；

4.6.2.5 硫酸钾(HG 3—920)：1mL 溶液含有 0.10mg K_2SO_4 。

配制：准确称取 0.100 0 g 经 105~110℃ 干燥至恒重的无水硫酸钾(K₂SO₄)。溶于水，移入 1 000mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.6.3 分析步骤

称取约 10g 试样，精确至 0.01g，溶于水，移入 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用移液管移取 10mL 试验溶液置于 50mL 烧杯中，加 2 滴过氧化氢，用 15mL 盐酸溶液中和，加热煮沸 2min。冷却后，倾入 50mL 比色管中，以少量水冲洗烧杯，倾入比色管中，加 2mL 盐酸溶液，用水稀释至 40mL，再加 5mL 乙醇、3mL 氯化钡溶液，摇匀，在 30~35℃ 水浴中保持 10min，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 50mL 比色管中，各加入硫酸钾标准溶液 0.00、0.50、1.00、1.50mL。各加 10mL 水，2 滴过氧化氢，自“加 2mL 盐酸溶液……”起与试样同时同样操作。

4.6.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的硫化合物(以 K₂SO₄ 计)含量(X₅)按式(6)计算：

$$X_5 = \frac{V \times 0.0001}{m(1-X_8) \times \frac{10}{100}} \times 100 = \frac{V}{10m(1-X_8)} \dots\dots\dots (6)$$

式中：V——与试验溶液的浊度相对应的标准比浊溶液所含硫酸钾标准溶液的体积，mL；

m——试料的质量，g；

X₈——按照本标准第 4.11 条测定的灼烧失量，%；

0.0001——1.00mL 硫酸钾标准溶液中硫酸钾的质量，g。

4.7 铁含量的测定

4.7.1 方法提要

同 GB 3049 第 2 条。

4.7.2 试剂和材料

4.7.2.1 盐酸(GB 622)；

4.7.2.2 氨水(GB 631)溶液：1+1；

其他同 GB 3049 第 3 条。

4.7.3 仪器、设备

4.7.3.1 分光光度计：带有 3cm 的吸收池。

4.7.4 工作曲线的绘制

按 GB 3049 第 5.3 条的规定使用 3cm 吸收池及相应的铁标准溶液用量，绘制工作曲线。

4.7.5 分析步骤

4.7.5.1 试验溶液的制备

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

4.7.5.2 空白试验溶液的制备

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

4.7.5.3 测定

将试验溶液和空白试验溶液，按 GB 3049 第 5.4 条从“必要时，加水至 60mL……”开始进行操作。

4.7.6 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁(Fe)含量(X₆)按式(7)计算：

$$X_6 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m(1-X_8)} \times 100$$

$$= \frac{m_1 - m_0}{10m(1 - X_8)} \dots\dots\dots (7)$$

式中： m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铁的质量，mg；
 m_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铁的质量，mg；
 m ——试料的质量，g；
 X_8 ——按照本标准第 4.11 条测定的灼烧失量，%。

4.7.7 允许差

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%。

4.8 水不溶物含量的测定

4.8.1 方法提要

以水溶解试样，用古氏坩埚抽滤，再将不溶物干燥至恒重，根据不溶物的质量确定水不溶物含量。

4.8.2 试剂和材料

4.8.2.1 盐酸(GB 622)溶液：1+3；

4.8.2.2 碳酸钾(GB 1397)溶液：70g/L；

4.8.2.3 酚酞(GB 10729)乙醇溶液：10g/L；

4.8.2.4 酸洗石棉(HG 3—1062)：取适量酸洗石棉浸泡在盐酸溶液中，煮沸 20min，用布氏漏斗过滤并用水洗涤至中性。再用碳酸钾溶液浸泡并煮沸 20min，用布氏漏斗过滤并用水洗涤至中性，用水调成糊状，备用。

4.8.3 仪器、设备

4.8.3.1 古氏坩埚：20mL。

4.8.4 分析步骤

4.8.4.1 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 3mm，用蒸馏水洗至滤液不含棉毛。将古氏坩埚移入电烘箱内，于 105~110℃烘干后称量。从“用蒸馏水洗至滤液不含棉毛开始……”重复操作，直至古氏坩埚恒重。

将古氏坩埚装置于抽滤瓶上，用水润湿石棉层，备用。

4.8.4.2 试样的测定

称取约 20g 试样，精确至 0.01g。置于 400mL 烧杯中，加入 300mL 水，使之溶解。用已备好的古氏坩埚过滤。用蒸馏水洗涤不溶物，直到 20mL 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 105~110℃干燥至恒重。

4.8.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量(X_7)按式(8)计算：

$$X_7 = \frac{(m_1 - m_0)}{m(1 - X_8)} \times 100$$

$$= \frac{100(m_1 - m_0)}{m(1 - X_8)} \dots\dots\dots (8)$$

式中： m_0 ——古氏坩埚的质量，g；
 m_1 ——古氏坩埚与不溶物的质量，g；
 m ——试料的质量，g；
 X_8 ——按照本标准第 4.11 条测定的灼烧失量，%。

4.8.6 允许差

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%。

4.9 重金属含量的测定

4.9.1 方法提要

同 GB 8451 第 2 条。

4.9.2 试剂和材料

4.9.2.1 盐酸(GB 622)溶液:1+1;

4.9.2.2 盐酸(GB 622)溶液:1+9;

4.9.2.3 硫化钠饱和溶液;

配制:称取 5g 硫化钠,溶于 10mL 水和 30mL 丙三醇的混合液中。

4.9.2.4 铅标准溶液:1mL 溶液含有 0.01mgPb。

配制:用移液管移取 10mL 按 GB 602 配制的铅标准溶液,置于 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液使用时配制。

其他同 GB 8451 第 3 条。

4.9.3 分析步骤

A 管:在 50mL 比色管中,移取 2.00mL 铅标准溶液,加水至 25mL。

B 管和 C 管:各称取 1.00±0.01g 试样,置于 50mL 比色管中,加入 21mL 水溶解。滴加约 4mL 盐酸溶液(4.9.2.1),待溶液不发生气泡时,向 C 管中用移液管移入 2.00mL 铅标准溶液。

以下操作按 GB 8451 第 6 条从“混匀,加 1 滴 1% 酚酞指示剂……”开始进行操作。

4.10 砷含量的测定

4.10.1 方法提要

同 GB 8450 第 2.1 条。

4.10.2 试剂和材料

4.10.2.1 砷标准溶液:1mL 溶液含有 0.001mgAs。

配制:用移液管移取 10mL 按 GB 602 配制的砷标准溶液,置于 1 000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,此溶液使用时配制。

其他同 GB 8450 第 1.2.3、1.2.7~1.2.10 和 2.2.3 条。

4.10.3 仪器、设备

同 GB 8450 第 2.3 条。

4.10.4 分析步骤

称取 1.00±0.01g 试样,置于测砷装置的锥形瓶中,加入 25mL 水使试样溶解。滴加盐酸中和至溶液不发生气泡(约 1.5mL 盐酸),再加入 5mL 盐酸,以下操作按 GB 8450 第 2.4 条以“加 5mL 碘化钾溶液……”开始进行操作。溴化汞试纸所呈颜色不得深于标准。

标准是移取 3.00mL 砷标准溶液,加水至 22mL,从“再加入 5mL 盐酸……”开始,与试样同时同样处理。

4.11 灼烧失量的测定

4.11.1 方法提要

将试样在 270~300℃灼烧,根据灼烧前后的减量确定灼烧失量。

4.11.2 仪器、设备

4.11.2.1 高温炉:能控制在 270~300℃工作。

4.11.3 分析步骤

称取约 5g 试样,精确至 0.000 2g,置于已恒重的瓷坩埚中,在 270~300℃灼烧至恒重。

4.11.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的灼烧失量(X_8)按式(9)计算:

$$X_8 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

式中: m_1 ——灼烧后试料的质量, g;

m ——灼烧前试料的质量, g。

4.11.5 允许差

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%。

5 检验规则

5.1 食品添加剂碳酸钾应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准的规定进行检验, 生产厂应保证所有出厂的食品添加剂碳酸钾都符合本标准的要求。每批出厂的产品应附有质量证明书。内容包括: 生产厂名、产品名称、批号、净重、生产日期、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的产品进行验收。

5.3 每批产品不超过 60t。

5.4 按 GB 6678 第 6.6 条规定确定采样单元数。采样时, 将采样器自包装袋垂直中心线插入至料层深度的 3/4 处采样。将样品混匀后, 以四分法缩分至 500g, 分装于两个清洁、干燥的广口瓶中, 密封。瓶上粘贴标签, 注明: 生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验, 另一瓶保存 3 个月备查。

5.5 检验结果有一项指标不符合本标准要求时, 应重新自两倍量的包装袋中采样进行核验。重新核验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求时, 则整批产品不能验收。

5.6 当供需双方对产品质量发生异议时, 按照《全国产品质量仲裁检验暂行办法》规定办理。

5.7 食品添加剂碳酸钾在贮运过程中, 往往因吸收水分或二氧化碳等增加灼烧失量。用户在验收产品重量时, 可扣除增加的灼烧失量。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 食品添加剂碳酸钾包装袋上应有牢固清晰的标志, 内容包括: “食品添加剂”字样、生产厂名、产品名称、生产许可证号、商标、净重、批号或生产日期及本标准编号, 以及按 GB 191 规定的 7“怕湿”标志。

6.2 食品添加剂碳酸钾采用双层包装。内包装采用食品级聚乙烯塑料薄膜袋, 规格尺寸: 480mm×800mm, 厚度: 0.08mm。外包装采用聚丙烯编织袋, 规格尺寸: 460mm×680mm, 其性能和检验方法应符合 GB 8946B 型的规定, 每袋净重 25kg。随机抽取 10 袋, 称量时平均偏差应在 0.2kg 范围内。

集装袋包装: 采用 GB 10454 规定的柔性集装袋其规格尺寸、性能和检验方法应符合 GB 10454 的有关规定。每袋净重 1 000kg。

6.3 食品添加剂碳酸钾包装时, 将内包装袋采用热合封口的方法封口; 外袋在距边不小于 30mm 处折边, 在距袋边不小于 15mm 处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口。针距 7~12mm, 缝线整齐, 针距均匀, 无漏缝和跳线现象。

6.4 食品添加剂碳酸钾在运输中应有遮盖物, 防止雨淋、受热、受潮、防止日晒。不得与有毒有害物质混运。防止污染。

6.5 食品添加剂碳酸钾应贮存于阴凉、干燥通风的库房中, 防止受热、受潮、防止与有毒有害物质混贮, 防止污染。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院、卫生部食品卫生监督检验所归口。

本标准由化学工业部天津化工研究院和四川省成都化工厂起草。

本标准主要起草人刘淑英、时洁、王友琨、杨前双。

本标准参照采用《日本食品添加剂公定书》第五版(86)《碳酸钾》。