

中华人民共和国国家标准

GB 25592—2010

食品安全国家标准 食品添加剂 硫酸铝铵

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 硫酸铝铵

1 范围

本标准适用于在硫酸铝与硫酸铵中加水,加热溶解,经过滤、浓缩、冷却结晶而成的食品添加剂 硫酸铝铵。

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

 $AINH_4$ (SO₄) ₂ • 12H₂O

3.2 相对分子质量

453.33 (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 | 白色或无色 | 取适量试样置于50mL烧杯中,在自然光下观察色 | |
| 组织状态 | 结晶粉末或块状 | 泽和组织状态。 | |

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 | | |
| 硫酸铝铵[以 Al NH ₄ (SO ₄) ₂ ・12H ₂ O 计](以干基计),w/% | 99.5~100.5 | 附录 A 中 A.4 | | |
| 水分, w/% ≤ | 4.0 | 附录 A 中 A.5 | | |
| 水不溶物, w/% ≤ | 0.20 | 附录 A 中 A.6 | | |

表 2 (续)

| 项目 | | 指标 | 检验方法 |
|-------------------|--------------|----|-------------|
| 砷(As)/(mg/kg) | \forall | 2 | 附录 A 中 A.7 |
| 重金属(以Pb计)/(mg/kg) | \forall | 20 | 附录 A 中 A.8 |
| 铅(Pb)/(mg/kg) | \mathbb{M} | 10 | 附录 A 中 A.9 |
| 氟化物(以F计)/(mg/kg) | \geqslant | 30 | 附录 A 中 A.10 |
| 硒(Se)/(mg/kg) | | 30 | 附录 A 中 A.11 |

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。

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 氢氧化钠溶液: 40 g/L和100 g/L。
- A. 3. 1. 2 氯化钡溶液: 50 g/L。
- A. 3. 1. 3 盐酸溶液: 1+4。
- A. 3. 1. 4 硝酸亚汞试纸:将滤纸浸入50 g/L硝酸亚汞溶液内,取出晾干。
- A. 3. 1. 5 石蕊试纸。

A. 3. 2 分析步骤

A. 3. 2. 1 铝盐鉴别

取试验溶液,加氢氧化钠溶液,即发生白色的胶状沉淀。沉淀能在过量的氢氧化钠溶液中溶解。

A. 3. 2. 2 硫酸盐鉴别

取试样水溶液,加氯化钡溶液,即发生白色沉淀。加盐酸溶液沉淀不溶解。

A. 3. 2. 3 铵盐鉴别

取试样溶液于表面皿上,加一定量的100 g/L氢氧化钠溶液后,再盖上贴有湿润的红色石蕊试纸的表面皿,能观察到石蕊试纸变蓝色。

A. 4 硫酸铝铵的测定

A. 4. 1 方法提要

在弱酸性介质中,EDTA与铝形成络合物,用硝酸铅返滴定过量的EDTA,从而确定硫酸铝铵的含量。

A. 4. 2 试剂和材料

- A. 4. 2. 1 盐酸溶液: 1+4。
- A. 4. 2. 2 氨水溶液: 1+1。
- A. 4. 2. 3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液: pH≈6。
- A. 4. 2. 4 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: c(EDTA)= 0.05 mol/L。
- A. 4. 2. 5 硝酸铅标准滴定溶液: c[Pb(NO₃)₂]= 0.05 mol/L。

A. 4. 2. 6 刚果红试纸。

A. 4. 2. 7 二甲酚橙指示液: 2 g/L。

A. 4. 3 分析步骤

称取约5 g按A.5.2研磨并经干燥的试样,精确至0.0002g,置于150 mL烧杯中,加入80 mL水,加热溶解,冷却后移入250 mL容量瓶中,加10滴盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀(混浊时可过滤,弃去初始滤液)。

用移液管移取25.00 mL试验溶液,置于250 mL锥形瓶中,再用移液管加入50 mL乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液。放入一小块刚果红试纸,然后用氨水溶液调至试纸呈紫红色(pH≈6),加15 mL乙酸乙酸钠缓冲溶液,煮沸3 min。冷却后加3滴~4滴二甲酚橙指示液,用硝酸铅标准滴定溶液滴定至橙黄色为终点。

同时做空白试验。

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. 4 结果计算

硫酸铝铵含量以十二水硫酸铝铵 $[AINH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O]$ 的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按公式(A.1) 计算:

$$w_1 = \frac{[(V_0 - V)/1000]cM}{m(25/250)} \times 100\%$$
 (A.1)

式中:

c ——硝酸铅标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升 (mol/L);

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

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

m ——试料的质量的数值,单位为克 (g);

M ——硫酸铝铵[AlNH₄(SO₄)₂•12H₂O]的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)(M=453.08)。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 水分的测定

A. 5. 1 仪器和设备

A. 5. 1. 1 称量瓶: Φ50 mm×30 mm。

A. 5. 1. 2 试验筛: R40/3 系列, Φ200 mm×50 mm/355 μm, Φ200 mm×50 mm/250 μm。

A. 5. 2 分析步骤

用已质量恒定的称量瓶称量约1g研磨并通过孔径为355μm试验筛且不通过250μm试验筛的试样,精确至0.000 2g,均匀摊开,放入硅胶干燥器内,干燥至质量恒定。

A. 5. 3 结果计算

水分以质量分数 w2 计,数值以%表示,按公式(A.2)计算:

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

式中:

m——试料干燥前的质量的数值,单位为克 (g);

 m_1 ——试料干燥后的质量的数值,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%。

A. 6 水不溶物的测定

A. 6.1 仪器和设备

A. 6. 1. 1 坩埚式过滤器:滤板孔径5 μm~15 μm。

A. 6. 1. 2 电热恒温干燥箱。

A. 6. 2 分析步骤

称取约20 g研磨后的试样,精确至0.01g,置于250 mL烧杯中,加入150 mL沸水,搅拌溶解。用经105℃至110℃烘干至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,再用沸水洗涤残渣至滤液不含硫酸根(用10 g/L氯化钡溶液检查)。将坩埚于105℃~110℃烘干至质量恒定。

A. 6. 3 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w3 计,数值以%表示,按公式(A.3)计算:

$$w_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\%$$
 (A.3)

式中:

 m_1 ——玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克 (g);

 m_2 ——干燥后玻璃砂坩埚与水不溶物的质量的数值,单位为克 (g);

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0.02%。

A.7 砷的测定

A. 7.1 试剂和材料

同 GB/T 5009.76—2003 的第 9 章。

A. 7. 2 仪器和设备

同 GB/T 5009.76—2003 的第 10 章。

A. 7. 3 分析步骤

称取 $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,置于定砷器的广口瓶中,加入 50 mL 水,摇匀。加入 5 mL 盐酸、1 g 碘 化钾及 2 mL 氯化亚锡溶液,摇匀,放置 5 min 后,加 3 g 无砷锌,立即将已装好乙酸铅棉花及溴化汞试纸的玻璃管塞紧于广口瓶上,于暗处放置 1 h。取出,与标准砷斑进行比较,样品的色斑不得深于标准色斑。

限量标准溶液的配制:用移液管取 2 mL 砷标准溶液[1mL 溶液含砷(As)0.001 mg],置于定砷器的广口瓶中,与试料同时同样处理。

A. 8 重金属(以Pb计)的测定

A. 8.1 试剂和材料

A. 8. 1. 1 同 GB/T 5009.74—2003 的第 3 章。

A. 8. 1. 2 铅标准溶液: 1 mL 溶液含铅(Pb) 0.01 mg;

配制: 用移液管移取 1.00mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 加(1+199) 硝酸溶液至刻度, 摇匀。

A. 8. 2 分析步骤

称取 $5.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 研磨后的试样,置于 100 mL 烧杯中,加水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,干过滤,弃去前滤液 20 mL 。移取 20.00 mL 滤液于 50 mL 比色管中,以下按 GB/T 5009.74—2003 中第 6 章的规定进行测定。

标准比色溶液的配制:用移液管移取 1.00 mL 铅标准溶液置于比色管中,与试料同时同样处理。

A.9 铅的测定

A. 9. 1 试剂和材料

同 GB/T 5009.75—2003 的第 3 章。

A. 9. 2 仪器和设备

分光光度计: 带有 1 cm 的吸收池。

A. 9. 3 分析步骤

称取1.00g±0.01g试样,加适量水溶解后作为试验溶液。

移取1.00 mL铅标准溶液(A.8.1.2)作为标准,以下操作按GB/T 5009.75—2003的6.1进行。

A. 10 氟化物的测定

A. 10.1 试剂和材料

同 HG 2927—1999 的 4.5.2。

A. 10.2 仪器和设备

同 HG 2927—1999 的 4.5.3。

A. 10.3 分析步骤

称取约2 g试样,精确至0.001g,加少量水溶解。以下按HG 2927—1999中4.5.4的规定进行测定。标准比色溶液是移取6.00 mL氟化物标准溶液[1mL溶液含氟(F) 0.01mg],与试验溶液同时同样处理。

A. 11 硒的测定

A. 11.1 试剂和材料

- A. 11. 1. 1 盐酸溶液: c(HCl)=4 mol/L。
- A. 11. 1. 2 氢氧化铵溶液: 1+2。
- A. 11. 1. 3 盐酸羟胺。
- A. 11. 1. 4 环己烷。
- A. 11. 1. 5 硒标准溶液: 1 mL溶液含有硒(Se) 0.001 mg。

移取1.00 mL按HG/T 3696.2配制的硒标准溶液,置于1000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

A. 11. 1. 6 2, 3-二氨基萘溶液:

称取0.100 g 2, 3-二氨基萘和0.500 g盐酸羟胺,溶解在100 mL0.1 mol/L盐酸溶液中。

A. 11.2 仪器和设备

分光光度计: 带有1cm的比色皿。

A. 11. 3 分析步骤

A. 11. 3. 1 标准溶液的制备

用移液管移取6.00 mL硒标准溶液,置于150 mL烧杯中,加25 mL盐酸溶液。

A. 11. 3. 2 试验溶液的制备

称取0.20g±0.01g试样,置于150 mL烧杯中,加25 mL盐酸溶液。

A. 11. 3. 3 测定

向上述两种溶液中分别加入5 mL氢氧化铵溶液,然后用氢氧化铵溶液调节溶液的pH值到(2.0±0.2),用水稀释至60 mL,用10 mL水转移至分液漏斗中,加10 mL水,加0.2 g盐酸羟胺,摇匀至溶解,立刻加5.0 mL2, 3-二氨基萘溶液。塞上塞子,摇匀,在室温放置10 min。加5.0 mL环己烷,用力摇2 min,使其分层。去掉水相,离心分离除去痕量水,于380 nm处使用1cm比色皿测定每种萃取液的吸光度,试验溶液的吸光度应不大于标准溶液的吸光度。