

中华人民共和国国家标准

GB 1886.229—2016

食品安全国家标准 食品添加剂 硫酸铝钾(又名钾明矾)

2016-08-31 发布 2017-01-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 _{发 布} 国家卫生和计划生育委员会

前 言

本标准代替 GB 1895—2004《食品添加剂 硫酸铝钾》。 本标准与 GB 1895—2004 相比,主要变化如下:

- ——标准名称修改为"食品安全国家标准 食品添加剂 硫酸铝钾(又名钾明矾)";
- ——增加了硫酸铝钾干燥品的技术要求;
- ——修改了铅指标要求;
- ——删除了水不溶物、重金属、水分指标要求;
- ——增加了硒指标要求。

食品安全国家标准

食品添加剂 硫酸铝钾(又名钾明矾)

1 范围

本标准适用于天然明矾矿石法和氢氧化铝法、铝矾土法生产的食品添加剂硫酸铝钾。

2 分子式和相对分子质量

2.1 分子式

十二水合硫酸铝钾:AIK(SO₄)₂ • 12H₂O

2.2 相对分子质量

十二水合硫酸铝钾:474.37(按2013年国际相对原子质量)

3 技术要求

3.1 感官要求

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	无色透明	取适量试样置于 50 mL 烧杯中,在自然光下观察色泽和
状态	块状、粒状或晶状粉末	状态

3.2 理化指标

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
· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	十二水合硫酸铝钾	硫酸铝钾干燥品 ^a	型 地 刀
硫酸铝钾 $[AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O]$ 含量(以干基计), $w/\%$	99.5	_	附录 A 中 A.4
硫酸铝钾[AlK(SO₄)₂]含量(以干基计),w/% ≥	_	96.5	附录 A 中 A.4

表 2 (续)

项目	=	指 标		- 检验方法		
· // 日	Ħ		硫酸铝钾干燥品 ^a			
铅(Pb)/(mg/kg)	\mathbb{A}	5.0		GB 5009.12 或 GB 5009.75		
砷(As)/(mg/kg)	\geqslant	2.0		GB 5009.76		
氟(F)/(mg/kg)	\leq	30.0		GB/T 5009.18		
硒(Se)/(mg/kg)	\leq	30.0		GB 5009.93		
干燥减量, w/%	\leq	_	13.0	附录 A 中 A.5		
* 十二水合硫酸铝钾经干燥后制得的硫酸铝钾干燥品。						

附录A 检验方法

A.1 警示

本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!如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗,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 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。所用溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

A.3 鉴别试验

A.3.1 试剂和材料

- A.3.1.1 盐酸。
- **A.3.1.2** 盐酸溶液:1+4。
- A.3.1.3 氯化钡溶液:50 g/L。
- A.3.1.4 乙酸铵溶液:100 g/L。
- A.3.1.5 氢氧化钠溶液:40 g/L。
- **A.3.1.6** 氨水溶液(10%)。
- **A.3.1.7** 乙酸铅溶液: 100 g/L。称取 10.0 g 乙酸铅, 加入适量煮沸冷却的水溶解, 滴加冰乙酸, 使溶液澄清, 再加煮沸冷却的水至 100 mL, 摇匀。
- A.3.1.8 硫化铵溶液:取60 mL 氨水溶液,通硫化氢气体饱和后,再加40 mL 氨水溶液。
- A.3.1.9 红色石蕊试纸。

A.3.2 仪器和设备

- **A.3.2.1** 真空干燥箱:温度能控制为 35 ℃±2 ℃,真空度能控制为 80 kPa~90 kPa。
- **A.3.2.2** 试验筛: ♦200 mm×50 mm−0.25/0.16 GB/T 6003.1−2012。

A.3.3 鉴别方法

A.3.3.1 硫酸根的鉴别

称取约 10 g 预先研磨并在 35 ℃±2 ℃及真空度 80 kPa~90 kPa下的真空干燥箱中干燥至质量恒定的试样,精确至 0,000 2 g,置于 150 mL 烧杯中,加入 80 mL 水,加热溶解。冷却后移入 500 mL 容量瓶中,加 1 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀(浑浊时可过滤,弃去初始滤液),此溶液为试样溶液 A。

取试样溶液 A,加氯化钡溶液,即发生白色沉淀,在盐酸溶液或硝酸溶液中均不溶。

取试样溶液 A,加乙酸铅溶液,即发生白色沉淀,可在乙酸铵溶液或氢氧化钠溶液中溶解。

A.3.3.2 铝离子的鉴别

取试样溶液 A,加氨水溶液或硫化铵溶液,即发生白色沉淀,能在盐酸溶液或冰乙酸中溶解,不溶于 氨水溶液或铵盐溶液。

A.3.3.3 钾离子的鉴别

取铂丝,用盐酸润湿后,在无色火焰中燃烧至无色,蘸本品在无色火焰中燃烧,用蓝色玻璃透视,火焰即显紫色。

A.3.3.4 铵离子的鉴别

称取约 1 g 试样,置于 50 mL 烧杯中,加 10 mL 氢氧化钠溶液,汽浴加热 1 min,无氨气放出(用润湿红色石蕊试纸检验,不变蓝)。

A.4 硫酸铝钾含量的测定

A.4.1 试剂和材料

- **A.4.1.1** 氨水溶液:1+1。
- A.4.1.2 盐酸溶液:1+1。
- A.4.1.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH≈6)。
- A.4.1.4 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液:c(EDTA)=0.05 mol/L。
- **A.4.1.5** 氯化锌标准滴定溶液: $c(\text{ZnCl}_2) = 0.05 \text{ mol/L}$ 。用移液管移取 GB/T 601 中氯化锌标准滴定溶液 100 mL,置于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。
- A.4.1.6 二甲酚橙指示液:2 g/L。
- A.4.1.7 刚果红试纸。

A.4.2 仪器和设备

- **A.4.2.1** 电热恒温干燥箱:温度能控制为 200 $\mathbb{C} \pm 2$ \mathbb{C} 。
- **A.4.2.2** 试验筛: ♦200 mm×50 mm−0.25/0.16 GB/T 6003.1−2012。

A.4.3 分析步骤

A.4.3.1 硫酸铝钾[AIK(SO₄)₂·12H₂O](以干基计)的测定

用移液管移取 25 mL 试样溶液 A,置于 250 mL 锥形瓶中,再用移液管移取 50 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液,煮沸 5 min,冷却至室温,加入一小块刚果红试纸,然后用氨水溶液调至试纸呈紫红色 $(pH\ 5\sim6)$,加 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液后加入 3 滴~4 滴二甲酚橙指示液,用氯化锌标准滴定溶液滴定至橙黄色即为终点。

同时同样做空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他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.4.3.2 硫酸铝钾 $[AIK(SO_4)_2](以干基计)$ 的测定

称取约 5.0 g 预先研磨且通过试验筛并在 200 ℃±2 ℃电热恒温干燥箱中干燥 4 h 的试样,精确至

0.000 2 g,置于 150 mL 烧杯中,加入 80 mL 水,12 mL 盐酸溶液,加热溶解。冷却后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

用移液管移取 25 mL上述试样溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,再用移液管移取 50 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液,煮沸 5 min,冷却至室温,加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 5~6),加 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液后加入 3 滴~4 滴二甲酚橙指示液,用氯化锌标准滴定溶液滴定至橙黄色即为终点。

同时同样做空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他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

硫酸铝钾含量的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{c \times (V_0 - V_1) \times M \times 500}{m \times 1\ 000 \times 25} \times 100\% \dots (A.1)$$

式中:

c ——氯化锌标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

 V_{o} ——空白试验溶液消耗的氯化锌标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

 V_{\perp} ——试样溶液消耗氯化锌标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

M ——十二水合硫酸铝钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol){ $M[AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O] = 474.37$ };硫酸铝钾干燥品的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol){ $M[AlK(SO_4)_2] = 258.19$ };

500 ——试样溶液的总体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g);

1000 — 换算因子;

25 ——移取试样溶液的体积,单位为毫升(mL)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

A.5 干燥减量的测定

A.5.1 仪器和设备

- **A.5.1.1** 电热恒温干燥箱:温度能控制为 200 ℃±2 ℃。
- **A.5.1.2** 称量瓶:φ50 mm×30 mm。

A.5.2 分析步骤

称取约 6.0 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于预先于 200 \mathbb{C} ± 2 \mathbb{C} 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定的称量瓶中,于 200 \mathbb{C} ± 2 \mathbb{C} 下干燥 4 h。

A.5.3 结果计算

干燥减量的质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算:

式中:

- m_1 ——称量瓶和试样干燥前的质量,单位为克(g);
- m_2 称量瓶和试样干燥后的质量,单位为克(g);
- m3——试样的质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.5%。