

中华人民共和国国家标准

GB 25585—2010

食品安全国家标准 食品添加剂 氯化钾

2010-12-21 发布 2011-02-21 实施

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 氯化钾

1 范围

本标准适用于以氯化镁和氯化钾为主要成分的岩盐光卤石或海盐生产的氯化钾,经精制而得的食品添加剂氯化钾。

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 分子式和相对分子质量

3.1 分子式

KCl

3.2 相对分子质量

74.55 (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	无色或白色	取适量试样置于50mL烧杯中,在自然光下观察色	
组织状态	结晶或粉末	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

77							
项目		指标	检验方法				
氯化钾 (干基计), w/%	≽	99.0	附录 A 中 A.4				
干燥减量, w/%	\leq	1.0	附录 A 中 A.5				
酸碱度		通过试验	附录 A 中 A.6				
碘和溴		通过试验	附录 A 中 A.7				

钠 (Na), w/%	\leq	0.5	附录 A 中 A.8
重金属(以 Pb 计) / (mg/kg)	\leq	5	附录 A 中 A.9
砷 (As) / (mg/kg)	\leq	2	附录 A 中 A.10

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。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 6682—2008 中规定的三级水。本标准试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂和制品,在没有注明其它要求时均按 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 钾离子的鉴别

称取约 2g 试样,置于烧杯中,加入约 10mL 水使其溶解。将玻璃棒(顶端带有铂丝环)的铂丝在盐酸中浸湿后在火焰上燃烧至无色,再蘸取少许试验溶液在火焰上燃烧,在钴玻璃下应呈紫色火焰。

A. 3. 2 氯离子的鉴别

取试样溶液(A.3.1),加硝酸银溶液(10g/L)即产生白色沉淀,此沉淀不溶于硝酸。

A. 4 氯化钾的测定

A. 4.1 方法提要

同 GB/T 3050—2000 的第 2 章。

A. 4. 2 试剂和材料

- A. 4. 2. 1 硝酸溶液: 1+1。
- A. 4. 2. 2 硝酸钾饱和溶液。
- A. 4. 2. 3 溴酚蓝指示液: 1g/L 乙醇溶液。
- A. 4. 2. 4 硝酸银标准滴定溶液: c (AgNO₃) \approx 0.1 mol/L。

A. 4. 3 仪器和设备

- A. 4. 3. 1 电位计:分度值为2 mV,量程为-500 mV~+500 mV。
- A. 4. 3. 2 参比电极: 双液接型饱和甘汞电极。
- A. 4. 3. 3 测量电极: 银电极。

A. 4. 4 分析步骤

称取约 0.25g 按照 A.5 干燥 2h 后的试样,精确到 0.0001g,置于 100mL 烧杯中,加 40mL 水溶解,加 1 滴溴酚蓝指示液,滴加 1 滴至 2 滴硝酸溶液,使溶液恰呈黄色,用浓度约为 0.1mol/L 的硝酸银标准滴定溶液,以下按照 GB/T 3050—2000 的 4.6 中从"放入电磁搅拌子……"开始操作,记录每次加入硝酸银标准滴定溶液后的总体积和对应的电位值,并计算出滴定至终点所消耗的硝酸银标准滴定溶液体积 (V)。

A. 4. 5 结果计算

氯化钾含量以氯化钾 (KCl) 的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按公式 (A.1) 计算:

$$w_1 = \frac{VcM/1000}{m(1-w_0)} \times 100\% \quad \dots \tag{A.1}$$

式中:

V——滴定所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,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);

 w_0 —由 A.5 所测得干燥减量的质量分数的数值,以%表示;

m——试料质量的数值,单位为克(g);

M——氯化钾(KCl)的摩尔质量的数值,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0.2%。

A.5 干燥减量的测定

A. 5. 1 仪器和设备

A. 5. 1. 1 称量瓶: ◆30mm×25mm。

A. 5. 1. 2 电烘箱, 能控制在 105℃±2℃。

A. 5. 2 分析步骤

在预先于 105℃ ± 2 ℃下干燥至质量恒定的称量瓶中称取约 2g 试样,精确到 0.0002g,置于电烘箱内,在 105℃ ± 2 ℃下加热 2h。

A. 5. 3 结果计算

干燥减量以质量分数 w_0 计,数值以%表示,按公式 (A.2) 计算:

$$w_0 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\%$$
 (A.2)

式中:

 m_1 ——试料和称量瓶的质量的数值,单位为克 (g);

m2——干燥后试料和称量瓶质量的数值,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,平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

A.6 酸碱度

A. 6.1 试剂和材料

A. 6. 1. 1 无二氧化碳的水。

A. 6. 1. 2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(NaOH) \approx 0.02 mol/L$ 。

A. 6. 1. 3 酚酞指示液。

A. 6. 2 分析步骤

称取约 5g 试样,溶于 50mL 新配制的无二氧化碳的水中,滴入 3 滴酚酞指示液后,溶液不得呈现粉红色。滴加 0.3mL 的氢氧化钠标准滴定溶液后,试液应呈现粉红色。

A. 7 碘和溴的测定

A. 7. 1 试剂和材料

A. 7. 1. 1 三氯甲烷。

A. 7. 1. 2 次氯酸钠溶液。

A. 7. 2 分析步骤

称取 2g 试样,精确至 0.01g,置于 25mL 比色管中,加入 6mL 水,溶解。加入 1mL 三氯甲烷,然后边滴加 5mL 次氯酸钠溶液边振摇比色管。观察三氯甲烷层不得出现暂时的紫色或永久的橙色。

A.8 钠的测定

A. 8.1 试剂和材料

A. 8. 1. 1 盐酸: 优级纯。

A. 8. 1. 2 钠标准溶液贮备液: 1mL 溶液含钠(Na) 0.1mg。

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

A. 8. 1. 3 钠标准溶液: 1mL溶液含钠(Na) 0.01mg。

配制:用移液管移取 10mL 钠标准溶液贮备液(A.8.1.2)置于 100mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

A. 8. 1. 4 氯化铯溶液: 20g/L。

称取 2g 氯化铯 (光谱纯),置于 100mL 烧杯中,加适量的水使其溶解完全,用水稀释至 100mL,摇匀。贮存于塑料瓶中。

A. 8. 1. 5 乙炔: 高纯。

A. 8. 1. 6 水: 符合 GB/T 6682—2008 的二级水。

A. 8. 2 仪器和设备

原子吸收分光光度计:配有钠空心阴极灯。

A. 8. 3 分析步骤

A. 8. 3. 1 试样溶液的制备

称取约 0.2g 试样,精确至 0.001g,置于烧杯中,用水溶解,全部移入 250mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。移取 10.00mL 试样溶液于 100mL 容量瓶中,加入 2mL 盐酸、2.5mL 氯化铯溶液,稀释至刻度,摇匀,用原子吸收分光光度计测定试样溶液的吸光度。

同时制备空白试验溶液。空白试验溶液除不加试样外,其它操作及加入试剂的种类和量与试样溶液的制备相同。

A. 8. 3. 2 工作曲线的绘制

于 5 个 100mL 容量瓶中,按表 A.1 分别移取钠标准溶液,再分别加入 2mL 盐酸、2.5mL 氯化铯溶液,稀释至刻度,摇匀。用原子吸收分光光计测定各溶液的吸光度,从各标准参比溶液的吸光度减去试剂空白溶液的吸光度,以各标准参比溶液中钠的质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

表 A.1 钠工作曲线表

容量瓶编号	1	2	3	4	5
钠标准溶液体积/mL	0	1.00	2.00	3.00	4.00
钠参比溶液中钠的质量/mg	0	0.010	0.020	0.030	0.040

A. 8. 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:

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times (10/250)} \times 100\%$$
 (A.3)

式中:

 m_1 ——从工作曲线上查得试样溶液中钠的质量的数值,单位为毫克 (mg);

 m_0 ——从工作曲线上查得空白溶液中钠的质量的数值,单位为毫克 (mg);

m——试料质量的数值,单位为克(g)。

取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0.02%。

A.9 重金属的测定

称取 $2.00g\pm0.01g$ 试样,置于 250mL 烧杯中,加入 20mL 水和 1mL 盐酸,微沸 15min.,冷却至室温,全部移入 50mL 比色管中,备用。

标准比色溶液:于 250mL 烧杯中,加入 20mL 水和 1mL 盐酸,微沸 15min.,冷却至室温,全部移入50mL 比色管中,用移液管加入1mL 铅标准溶液[1mL 溶液含铅(Pb)0.01mg],备用。

然后按 GB/T 5009.74-2003 中第 6 章进行操作。

A. 10 砷的测定

称取 1.00g±0.01g 试样,置于锥形瓶中,用水润湿,用盐酸中和至中性(用 pH 试纸检验),再过量 5mL,摇匀。移取 2.00mL 砷标准溶液[1mL 溶液含砷(As)0.001mg]作为标准,置于另一只锥形瓶中。各加入 5mL 盐酸溶液(1+3)。然后按照 GB/T 5009.76—2003 中 6.2 或第 11 章进行测定。

二乙氨基二硫代甲酸银比色法为仲裁法。

6