



中华人民共和国国家标准

GB 1886.46—2015

食品安全国家标准

食品添加剂 低亚硫酸钠

2015-09-22 发布

2016-03-22 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本标准代替 GB 22215—2008《食品添加剂 连二亚硫酸钠(保险粉)》。

本标准与 GB 22215—2008 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 低亚硫酸钠”。

食品安全国家标准

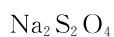
食品添加剂 低亚硫酸钠

1 范围

本标准适用于食品添加剂低亚硫酸钠。

2 分子式和相对分子质量

2.1 分子式



2.2 相对分子质量

174.11(按 2007 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	白色	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中， 在自然光线下，观察其色泽和状态
状态	结晶粉末	

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
低亚硫酸钠, $w/\%$	\geq 88.0	附录 A 中 A.4
乙二胺四乙酸二钠, $w/\%$	通过试验	附录 A 中 A.5
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	\leq 10.0	附录 A 中 A.6
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq 5.0	GB 5009.75
镉(Cd)/(mg/kg)	\leq 2.0	GB 5009.15

表 2 (续)

项 目	指 标	检 验 方 法
砷(As)/(mg/kg) ≤	1.0	GB 5009.76
锌(Zn), ω /‰ ≤	0.03 ^a	附录 A 中 A.7
澄清度	通过试验	附录 A 中 A.8
甲酸盐(以 HCHO 计), ω /‰ ≤	0.05 ^b	附录 A 中 A.9
^a 以甲酸钠法工艺生产的食品添加剂低亚硫酸钠不控制锌含量的指标。 ^b 以锌粉法工艺生产的食品添加剂低亚硫酸钠不控制甲酸盐含量的指标。		

附录 A 检验方法

A.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时应小心谨慎。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 规定的三级水。试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂和制品,在没有注明其他要求时均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。试验中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 盐酸溶液:1+1。

A.3.1.2 硫酸铜溶液:50 g/L。

A.3.1.3 高锰酸钾溶液:3.5 g/L。

A.3.1.4 焦锑酸钾溶液:称取 2 g 焦锑酸钾,加 100 mL 水溶解,煮沸约 5 min 后,迅速冷却,加 10 mL 氢氧化钠溶液,放置 24 h 后,过滤。

A.3.2 鉴别方法

A.3.2.1 低亚硫酸盐的鉴别方法如下:

- a) 取 10 mL 10 g/L 试验溶液,加 2 mL 硫酸铜溶液时,显灰黑色;
- b) 取 10 mL 10 g/L 试验溶液,加 1 mL 高锰酸钾溶液时,溶液的颜色随即消失。

A.3.2.2 钠盐的鉴别方法如下:

- a) 用铂丝蘸取盐酸烧至无色,再蘸取 10 g/L 试验溶液,在酒精灯上燃烧呈黄色;
- b) 取适量 50 g/L 试验溶液,加入焦锑酸钾溶液,生成白色晶状沉淀(用玻璃棒摩擦试管内壁时,可加速沉淀的生成)。

A.4 低亚硫酸钠的测定

A.4.1 方法提要

低亚硫酸钠和中性甲醛作用,生成亚硫酸氢钠甲醛和次硫酸氢钠甲醛,次硫酸氢钠甲醛和碘作用,根据碘标准滴定溶液的消耗量确定低亚硫酸钠的含量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 盐酸溶液:1+11。

A.4.2.2 中性甲醛溶液:1+1。取 100 mL 甲醛溶液和 100 mL 水,置于 400 mL 烧杯中,搅拌均匀,加数滴 10 g/L 酚酞指示液,用 100 g/L 氢氧化钠溶液中和至溶液呈微红色,再用盐酸溶液调节至微红色刚好褪色。

A.4.2.3 可溶性淀粉溶液:10 g/L。

A.4.2.4 碘标准滴定溶液: $c\left(\frac{1}{2}I_2\right)\approx 0.1\text{ mol/L}$ 。

A.4.3 分析步骤

称取 1 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于预先盛有 20 mL 中性甲醛溶液的烧杯中,搅拌至完全溶解,全部转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。移取 25 mL 该溶液于 250 mL 锥形瓶中,加 4 mL 盐酸溶液,用碘标准滴定溶液滴定,近终点时加入 3 mL 淀粉溶液,继续滴定至溶液呈浅蓝色在 30 s 内不消失即为终点。同时同样处理空白试验溶液。

A.4.4 结果计算

低亚硫酸钠的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{\frac{V - V_0}{1\,000} \times c \times M}{m \times \frac{25}{250}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

V ——滴定试验溶液所消耗的碘标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验所消耗的碘标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

1 000 ——换算系数;

c ——碘标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——低亚硫酸钠的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), $\left[M\left(\frac{1}{4}Na_2S_2O_4\right) = 43.53\right]$;

m ——试样的质量,单位为克(g);

25 ——移取试验溶液的体积,单位为毫升(mL);

250 ——试验溶液的总体积,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绝对差值不大于 0.5%。

A.5 乙二胺四乙酸二钠的测定

A.5.1 方法提要

亚砷酸将铬酸根离子还原为铬离子,铬离子与乙二胺四乙酸二钠生成紫色络合物,可用于乙二胺四乙酸二钠的检验。

A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 乙酸。

A.5.2.2 铬酸钾溶液:5 g/L。

A.5.2.3 氢氧化钠溶液:25 g/L。

A.5.2.4 亚砷酸溶液:10 g/L。称取 1 g 亚砷酸(三氧化二砷),加入 30 mL 氢氧化钠溶液,加热溶解。

冷却后,缓慢加入乙酸配至 100 mL。

A.5.3 分析步骤

称取 $0.50\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于试管中,加入 5 mL 水溶解、加 2 mL 铬酸钾溶液、2 mL 亚砷酸溶液,在水浴中加热 2 min 不显紫色为合格。

A.6 重金属(以 Pb 计)的测定

A.6.1 方法提要

在弱酸性溶液中,重金属离子与二价硫离子生成有色硫化物沉淀,重金属含量较低时,生成稳定的暗色悬浮液,可用于重金属的目视比色法测定。

A.6.2 试剂和材料

A.6.2.1 盐酸。

A.6.2.2 乙酸溶液:1+19。

A.6.2.3 硫化钠溶液。

A.6.2.4 铅标准溶液:1 mL 溶液含铅(Pb)0.010 mg。移取 10.00 mL 铅标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。现用现配。

A.6.2.5 标准比色溶液:移取 2.00 mL 铅标准溶液,置于 50 mL 比色管中,加入 2 mL 乙酸溶液,与试验溶液同时同样处理。

A.6.3 分析步骤

A.6.3.1 试验溶液 A 的制备

称取 $10.00\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于 300 mL 烧杯中,加 60 mL 热水溶解,加 10 mL 盐酸在可调电炉上蒸发至干。小心加强热至硫自燃。在残留物中加 30 mL 热水和 10 mL 盐酸,再在可调电炉上蒸发至干。将残留物加水溶解,用水稀释至约 30 mL,过滤,滤液及洗涤液放入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A。该溶液用于重金属含量的测定、铅含量的测定中双硫脲比色法、镉含量的测定中比色法和锌含量的测定中目视比色法。

A.6.3.2 测定

用移液管移取 10 mL 试验溶液 A,置于 50 mL 比色管中,加入 2 mL 乙酸溶液,滴加 2 滴硫化钠溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置 5 min 后,试验溶液的颜色不得深于标准比色溶液。

A.7 锌(Zn)的测定

A.7.1 原子吸收分光光度法(仲裁法)

A.7.1.1 方法提要

试样经处理后,在原子吸收光谱仪上测定吸光度。在一定浓度范围内,锌的吸光度与其含量成正比。

A.7.1.2 试剂和材料

A.7.1.2.1 盐酸溶液:1+4。

A.7.1.2.2 锌标准溶液:1 mL 溶液含锌(Zn)0.05 mg。移取 50.00 mL 的锌标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液有效期为 1 个月。

A.7.1.2.3 水:符合 GB/T 6682 规定的二级水。

A.7.1.3 仪器和设备

原子吸收分光光度计。

A.7.1.4 测定步骤

A.7.1.4.1 工作曲线的绘制

用移液管分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 锌标准溶液,置于 4 个 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。使用乙炔-空气火焰,在波长 213.8 nm 处将原子吸收分光光度计调至最佳工作状态,用水调零,测量吸光度。从每个标准溶液的吸光度中减去空白溶液的吸光度,以锌的质量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

A.7.1.4.2 测定

用移液管移取 5 mL 试验溶液 B,置于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。以下按 A.10.1.4.1 条从“使用乙炔-空气火焰,从测量吸光度开始”进行操作。同时同样处理空白试验溶液。从工作曲线上查出相应的锌的质量。

A.7.1.5 结果计算

锌(Zn)的质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{m_3 - m_1}{m_2 \times \frac{5}{100} \times 10^6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(A.2)$$

式中:

m_3 ——从工作曲线上查出的试验溶液中锌的质量的数值,单位为微克(μg);

m_1 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中锌的质量的数值,单位为微克(μg);

m_2 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

5 ——移取试验溶液的体积,单位为毫升(mL);

100 ——试验溶液的总体积,单位为毫升(mL);

10^6 ——转换系数。

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绝对差值不大于 0.002%。

A.7.2 目视比色法

A.7.2.1 方法提要

在酸性介质中,锌离子与亚铁氰化钾溶液生成白色沉淀,可用于锌的目视比色法测定。

A.7.2.2 试剂和材料

A.7.2.2.1 氨水溶液:2+3。

A.7.2.2.2 盐酸溶液:1+3。

A.7.2.2.3 亚铁氰化钾溶液:100 g/L。称取 10 g 亚铁氰化钾,精确至 0.01 g,用水稀释至 100 mL,该溶

液现用现配。

A.7.2.2.4 锌标准溶液:1 mL 溶液含有锌 0.10 mg。

A.7.2.3 分析步骤

用移液管移取 5 mL 试验溶液 A,置于 50 mL 烧杯中,加入 0.1 mL 氨水溶液,过滤,滤液放入 25 mL 比色管中,用水稀释至 20 mL,加 5 mL 盐酸溶液,摇匀,加 0.1 mL 亚铁氰化钾溶液,放置 15 min,其浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊液是用移液管移取 3.00 mL 锌标准溶液,置于 25 mL 比色管中,用水稀释至 20 mL,加 5 mL 盐酸溶液,摇匀,加 0.1 mL 亚铁氰化钾溶液,放置 15 min,与试验溶液同时同样处理。

A.8 澄清度的测定

A.8.1 方法提要

将连二亚硫酸钠溶解于中性甲醛溶液中,在避免阳光直接照射的情况下,通过观察连二亚硫酸钠溶液中不溶物的含量来判别澄清度。

A.8.2 试剂和材料

A.8.2.1 中性甲醛溶液:1+1。

A.8.2.2 硝酸溶液:1+2。

A.8.2.3 糊精溶液:20 g/L。

A.8.2.4 硝酸银溶液:20 g/L。

A.8.2.5 盐酸标准溶液: $c(\text{HCl})\approx 0.1\text{ mol/L}$ 。

A.8.2.6 氯化物标准溶液:1 mL 溶液含氯(Cl)0.01 mg。移取 10.00 mL 的氯化物标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

A.8.3 分析步骤

A.8.3.1 标准参比溶液(微浊)的制备

用移液管移取 6 mL 氯化物标准溶液,置于 25 mL 比色管中,加水至约 20 mL,加入 1 mL 硝酸溶液,0.2 mL 糊精溶液和 1 mL 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,摇匀。在避开阳光直接照射的情况下放置 15 min。

A.8.3.2 测定

称取 $0.50\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于预先盛有 10 mL 中性甲醛溶液的 25 mL 比色管中,完全溶解后,用水稀释至刻度,摇匀。放置 5 min,在无阳光直射情况下,自上向下观察,试验溶液的浊度不得大于标准比浊溶液所示的浊度。

试验时,应控制标准参比溶液放置 15 min 和试验溶液放置 5 min 同时到点对比。

A.9 甲酸盐(以 HCHO 计)的测定

A.9.1 方法提要

在盐酸介质中,镁粉将甲酸盐还原为甲醛,甲醛与铬变酸发生特效反应,可用于甲酸盐的目视比色法测定。

A.9.2 试剂和材料

A.9.2.1 镁粉。

A.9.2.2 硫酸。

A.9.2.3 盐酸溶液:1+1。

A.9.2.4 铬变酸溶液: $c(\text{C}_{10}\text{H}_6\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=10\text{ g/L}$ 。称取 0.5 g 铬变酸,加 50 mL 硫酸摇混,离心分离,使用上层澄清液,临用时配制。

A.9.2.5 甲醛标准溶液:1 mL 溶液含甲醛 0.002 mg。移取 2.00 mL 甲醛标准溶液(1 g/L),置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。现用现配。

A.9.2.6 标准比色溶液:移取 2.50 mL 甲醛溶液,加入 5 mL 盐酸溶液,接着两次加少量镁粉,加至约 0.3 g,几乎看不出气泡产生后,盖上表面皿,放置 2 h。全部转移至 50 mL 比色管中,加 2 mL 硫酸,0.5 mL 铬变酸,在沸水浴上加热 10 min 后,用水稀释至刻度,摇匀。

A.9.3 分析步骤

称取 $0.100\text{ g}\pm 0.001\text{ g}$ 试样,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 10 mL 该溶液,置于烧杯中,加入 5 mL 盐酸溶液,接着两次加少量镁粉,加至约 0.3 g,几乎看不出气泡产生后,盖上表面皿,放置 2 h。全部转移至 50 mL 比色管中,加 2 mL 硫酸,0.5 mL 铬变酸,在沸水浴上加热 10 min 后,用水稀释至刻度,摇匀。其颜色不得深于标准比色溶液。
