



中华人民共和国国家标准

GB 29205—2012

食品安全国家标准

食品添加剂 硫酸

2012-12-25 发布

2013-01-25 实施

中华人民共和国卫生部 发布

食品安全国家标准

食品添加剂 硫酸

1 范围

本标准适用于接触法硫酸精制后生产的食品添加剂硫酸。

2 分子式和相对分子质量

2.1 分子式



2.2 相对分子质量

98.08(按 2007 年国际相对原子质量)

3 技术要求

3.1 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	白色或浅褐色	取适量试样置于 50 mL 烧杯中,在自然光下观察色泽和状态
状态	清亮、油状液体	

3.2 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
		92 酸	98 酸	
硫酸(H_2SO_4)含量, $w/\%$	\geq	92.5	98.0	附录 A 中 A.4
硝酸盐(以 NO_3 计), $w/\%$	\leq	0.001		附录 A 中 A.5
还原性物质		通过试验		附录 A 中 A.6
氯化物(以 Cl 计), $w/\%$	\leq	0.005		附录 A 中 A.7

表 2 (续)

项 目	指标		检验方法
	92 酸	98 酸	
铁(Fe), $w/\%$	\leq	0.020	附录 A 中 A.8
硒(Se)/(mg/kg)	\leq	20	GB 5009.93
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq	5	GB 5009.12
砷(As)/(mg/kg)	\leq	3	GB/T 5009.76

附录 A 检验方法

A.1 警示

本标准的试样具有强腐蚀性,检验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时应采取适当的安全和防护措施。

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—2008 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 之规定制备。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 氯化钡溶液:100 g/L。

A.3.1.2 盐酸溶液:1+1。

A.3.1.3 乙酸铅溶液:80 g/L。

A.3.1.4 乙酸铵溶液:100 g/L。

A.3.2 鉴别方法

A.3.2.1 取约 1 g 试样,溶于 20 mL 水,加入氯化钡溶液,即产生白色沉淀,此白色沉淀不溶于盐酸溶液。

A.3.2.2 取约 1 g 试样,溶于 20 mL 水,加入乙酸铅溶液,即产生白色沉淀,此白色沉淀溶于乙酸铵溶液。

A.3.2.3 取约 1 g 试样,溶于 20 mL 水,加入盐酸不产生沉淀。

A.4 硫酸(H_2SO_4)含量的测定

A.4.1 方法提要

用氢氧化钠标准滴定溶液滴定试样溶液,根据氢氧化钠标准滴定溶液的消耗量,确定硫酸的含量。

A.4.2 试剂

A.4.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}$ 。

A.4.2.2 甲基橙指示液:1 g/L。

A.4.3 分析步骤

移取约 1 mL 试样,置于已知质量的具塞小锥形瓶中,准确称其质量,精确至 0.000 2 g,小心加入 30 mL 水,冷却后滴入 2 滴甲基橙指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至黄色。

同时作空白试验。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(H_2SO_4)含量的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{[(V - V_0)/1\ 000]cM}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(\text{A.1})$$

式中:

V ——滴定试样溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试样溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g);

1 000——换算因子;

M ——硫酸($1/2 \text{H}_2\text{SO}_4$)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=49.04$)。

实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0.2%。

A.5 硝酸盐(以 NO_3 计)的测定

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 硫酸。

A.5.1.2 硝酸盐(NO_3)标准溶液:0.100 mg/mL。

称取 8.022 g 已于 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥 1 h 的硝酸钾,置于 500 mL 容量瓶中,用水溶解并稀释至刻度,摇匀。移取 5 mL 该溶液,将滴管插入 400 mL 硫酸液面以下,缓慢滴入,冷却至室温。转移至 500 mL 容量瓶,用硫酸稀释至刻度。

A.5.1.3 硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)溶液:100 g/L,即配即用。

A.5.2 分析步骤

分别于两支(A、B)100 mL 比色管中移入 50 mL 硫酸,缓慢加入 5 mL 硫酸亚铁溶液,用玻璃棒搅拌均匀,用冰浴冷却至 $10\text{ }^\circ\text{C} \sim 15\text{ }^\circ\text{C}$ 。A 比色管中加入 10 g 试样,冷却至室温,用硫酸稀释至 100 mL 刻度。B 比色管中边滴加 1.0 mL 硝酸盐标准溶液边混匀,用硫酸稀释至刻度。在白色发光背景下自上而下的观察 A 比色管中溶液的颜色与 B 比色管所呈颜色。A 比色管所呈颜色不应深于 B 比色管所呈颜色。

A.6 还原性物质的测定

称量 $8.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于 100 mL 烧杯中,用 50 mL 冰水稀释,冷却,滴加 0.10 mL 高锰酸钾溶液 [$c(1/5\text{KMnO}_4)=0.1\text{ mol/L}$],溶液所呈粉红色能保持 5 min。

A.7 氯化物(以 Cl 计)的测定

A.7.1 试剂和材料

A.7.1.1 95%乙醇。

A.7.1.2 硝酸溶液:1+2。

A.7.1.3 硝酸银溶液:17 g/L。

A.7.1.4 氯化物(Cl)标准溶液:0.010 mg/mL。

A.7.2 分析步骤

称取 1.00 g±0.01 g 试样,置于 50 mL 烧杯中,加入适量的水使之溶解,全部转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 10 mL 上述试样溶液,置于 50 mL 比色管中,加入 4 mL 硝酸溶液和 2 mL 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,轻轻摇匀。静置 10 min 后,于黑背景下自上而下的观察与标准比浊溶液比对,所产生的浊度不应深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是移取 5.00 mL 氯化物标准溶液,与试样同时同样处理。

A.8 铁(Fe)的测定

A.8.1 试剂和材料

A.8.1.1 盐酸溶液:1+3。

A.8.1.2 其他试剂和材料同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

A.8.2 仪器和设备

分光光度计:配有 4 cm 比色皿。

A.8.3 分析步骤

A.8.3.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 中 6.3 的规定,使用 4 cm 比色皿,绘制铁含量为 10 μg~100 μg 工作曲线。

A.8.3.2 测定

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.01 g,置于 150 mL 烧杯中,在砂浴或可控温电炉上加热近干。以下按 GB/T 3049—2006 中 6.4 规定从“必要时,加水至 60 mL……”开始进行操作。同时同样处理空白试样溶液。从工作曲线上查出相应的铁的质量。

A.8.4 结果计算

铁(Fe)的质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0)/1\ 000}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(A.2)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试样溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查出的空白试样溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

1 000 ——换算因子。

实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 0.000 5%。