

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

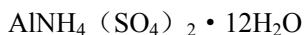
本标准适用于在硫酸铝与硫酸铵中加水，加热溶解，经过滤、浓缩、冷却结晶而成的食品添加剂 硫酸铝铵。

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



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，在自然光下观察色泽和组织状态。
组织状态	结晶粉末或块状	

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 $\text{AlNH}_4 (\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 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) ≤	2	附录 A 中 A.7
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg) ≤	20	附录 A 中 A.8
铅(Pb)/(mg/kg) ≤	10	附录 A 中 A.9
氟化物(以 F 计)/(mg/kg) ≤	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, 摆匀(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($\text{pH} \approx 6$), 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 $[\text{AlNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 的质量分数 w_1 计, 数值以%表示, 按公式(A.1)计算:

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

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 ——试样的质量的数值, 单位为克(g);

M ——硫酸铝铵 $[\text{AlNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 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: $\varnothing 50\text{ mm} \times 30\text{ mm}$ 。

A.5.1.2 试验筛: R40/3系列, $\varnothing 200\text{ mm} \times 50\text{ mm}/355\text{ }\mu\text{m}$, $\varnothing 200\text{ mm} \times 50\text{ mm}/250\text{ }\mu\text{m}$ 。

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355 μm 试验筛且不通过250 μm 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 w_2 计, 数值以%表示, 按公式(A.2)计算:

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

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 培塢式過濾器：濾板孔徑 $5\text{ }\mu\text{m}\sim 15\text{ }\mu\text{m}$ 。

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 w_3 计, 数值以%表示, 按公式 (A.3) 计算:

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

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, 摆匀。

A.8.2 分析步骤

称取 5.00 g \pm 0.01 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, 摆匀, 干过滤, 弃去前滤液 20mL。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 1.00 g \pm 0.01 g 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 0.001 g, 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 [1 mL 溶液含氟 (F) 0.01 mg], 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: $c(\text{HCl})=4 \text{ mol/L}$ 。****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, 摆匀。

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 mL 0.1 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 mL 2,3-二氨基萘溶液。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。
