



中华人民共和国国家标准

GB 1895—2004
代替 GB 1895—1994

食品添加剂 硫酸铝钾

Food additive—Aluminum potassium sulfate

2004-04-09 发布

2004-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的全部技术内容为强制性。

本标准对应于美国食品化学品法典(第四版)[FCC IV(1996)]《硫酸铝钾》(英文版),与 FCCIV 的一致性程度为非等效。

本标准根据美国食品化学品法典(第四版)[FCC IV(1996)]《硫酸铝钾》重新起草。

本标准与美国[FCC IV(1996)]的主要差异:

——删除了硒含量指标,因为硫酸铝钾产品中硒含量远远低于 FCC 的要求。

——增加了砷含量指标、水分指标、铅含量指标和水不溶物指标,因为国内生产工艺没有干燥,而且自然结晶。故控制水分、水不溶物的指标,砷和铅的指标为卫生指标。

本标准代替 GB 1895—1994《食品添加剂硫酸铝钾》。

本标准与 GB 1895—1994 的主要差异:

——删除了铁含量指标(1994 年版的 3.2);

——增加了铍盐指标、氟含量指标和铅含量指标(本版的 3.2)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由化学工业无机盐产品标准化技术归口单位和卫生部中国疾病预防控制中心归口。

本标准起草单位:天津化工研究设计院、温州矾矿、桂林市红星化工总厂。

本标准主要起草人:苏培基、徐金民、韦英姿、弓创周、周艺影、林尚鹏。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB 1895—1980、GB 1895—1994。

食品添加剂 硫酸铝钾

1 范围

本标准规定了食品添加剂硫酸铝钾的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于食品添加剂硫酸铝钾,在食品加工中作膨松剂。

分子式: $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量: 474.39(按 1999 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版不适用于本标准,然而鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 191—2000 包装储运图示标志(eqv ISO 780:1997)

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

GB/T 8449 食品添加剂中铅的测定方法

GB/T 8450 食品添加剂中砷的测定方法

GB/T 8451 食品添加剂中重金属限量试验法

HG/T 3692.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3692.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3692.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

HG 2927—1999 食品添加剂 磷酸二氢钙

3 要求

3.1 外观:无色透明块状、粒状或晶状粉末。

3.2 食品添加剂硫酸铝钾应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目		指 标
硫酸铝钾 [$\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$] (以干基计) 含量/(%)	≥	99.2
重金属 (以 Pb 计) 含量/(%)	≤	0.002
砷 (As) 含量/(%)	≤	0.000 2
铅 (Pb) 含量/(%)	≤	0.001
水不溶物/(%)	≤	0.2
氟 (F) 含量/(%)	≤	0.003
铵盐		符合检验
水分/(%)	≤	1.0

4 试验方法

4.1 安全提示: 试验中所用强酸、强碱均具有腐蚀性,操作时应小心!

4.2 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—1992 中规定的三级水。试验中所需标准滴定溶液、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 3692.1、HG/T 3692.2、HG/T 3692.3 的规定制备。

4.3 鉴别

4.3.1 试剂

4.3.1.1 冰乙酸。

4.3.1.2 氯化钡溶液:50 g/L。

4.3.1.3 乙酸铵溶液:100 g/L。

4.3.1.4 氢氧化钠溶液:40 g/L。

4.3.1.5 氨水溶液(10%)。

4.3.1.6 乙酸铅溶液(100 g/L):称取 10 g 乙酸铅,加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。

4.3.1.7 硫化铵溶液:取 60 mL 氨水溶液(10%),通硫化氢气体饱和后,再加 40 mL 氨水溶液(10%)。

4.3.2 鉴别方法

4.3.2.1 硫酸根

a) 取试验溶液 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。

b) 取试验溶液 A,加乙酸铅溶液,即发生白色沉淀,能在乙酸铵溶液或氢氧化钠溶液中溶解。

4.3.2.2 铝离子

取试验溶液 A,加氨水溶液或硫化铵溶液,即发生白色胶状沉淀,能在盐酸或冰乙酸中溶解,但在氨水溶液或铵盐溶液中几乎不溶,煮沸更不易溶。

4.3.2.3 钾离子

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

4.4 硫酸铝钾含量的测定

4.4.1 方法提要

在弱酸性介质中,EDTA 与铝形成络合物,用硝酸铅标准滴定溶液返滴定过量的 EDTA。从而确定硫酸铝钾的含量。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 盐酸溶液:1+4。

4.4.2.2 氨水溶液:1+1。

4.4.2.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,pH≈6。

4.4.2.4 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液: $c(\text{EDTA})$ 约为 0.05 mol/L。

4.4.2.5 硝酸铅标准滴定溶液: $c[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2]$ 约为 0.05 mol/L。

4.4.2.6 刚果红试纸。

4.4.2.7 二甲酚橙指示剂溶液,2 g/L。

4.4.3 分析步骤

称取约 10 g 按 4.10.3 条研磨并经干燥的试样,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),此溶液为试验溶液 A,用于鉴别试验、硫酸铝钾含量和铝含量测定。

用单刻线移液管移取 25 mL 试验溶液 A,置于 250 mL 锥形瓶中,再用单刻线移液管移取 50 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液,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 pH5~pH6,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。

4.4.4 结果计算

硫酸铝钾〔以 $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 计〕含量的质量分数 W_1 ,数值以%表示,按式(1)计算:

$$W_1 = \frac{c(V_0 - V) \times 474.4}{m \times 1\,000 \times 25/500} \times 100 = \frac{948.8c(V_0 - V)}{m} \dots\dots\dots(1)$$

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 ——空白试验溶液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 ——试验溶液消耗硝酸铅标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

474.4——硫酸铝钾的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=474.4$);

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0.3%。

4.5 重金属含量的测定

称取 $5.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 的试样,置于100 mL烧杯中,加水溶解后移入100 mL容量瓶中。用水稀释至刻度,摇匀,干过滤,弃去最初20 mL滤液,用移液管移取20 mL滤液,置于50 mL比色管中,加水至25 mL,以下按 GB/T 8451 操作。

标准比色溶液是用移液管移取2 mL[1 mL溶液含铅(Pb)10 μg]铅标准溶液,置于50 mL比色管中,与试样同时同样处理。

4.6 砷含量的测定(砷斑法)

称取 $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,置于测砷装置的锥形瓶中,加25 mL水,以下按 GB/T 8450 的规定操作。

标准比色溶液是用移液管移取2 mL砷标准溶液[1 mL溶液含砷(As)1 μg],与试样同时同样处理。

4.7 铅含量的测定

4.7.1 原子吸收分光光度法

4.7.1.1 方法提要

在稀硝酸介质中,于原子吸收分光光度计上,在波长283.3 nm处,使用空气-乙炔火焰,采用标准加入法测定。

4.7.1.2 试剂

4.7.1.2.1 水:符合 GB/T 6682—1992 规定的二级水。

4.7.1.2.2 硝酸溶液:1+1。

4.7.1.2.3 铅标准溶液:1 mL溶液含有铅(Pb)0.01 mg,临用时配制。用单刻线移液管移取10 mL按 HG/T 3692.2 配制的铅标准溶液,置于1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.7.1.3 仪器、设备

4.7.1.3.1 原子吸收分光光度计(配有铅空心阴极灯),工作条件:283.3 nm;火焰:空气-乙炔。

4.7.1.4 分析步骤

用单刻线移液管分别移取50 mL试验溶液A置于4个100 mL容量瓶中,再用移液管分别加入0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL铅标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。将仪器调整至最佳条件,用水调零,测定吸光度。

以铅的质量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线,将曲线反向延长与横轴相交处,即为试验溶液中的铅质量。

4.7.1.5 结果计算

铅(Pb)含量的质量分数 W_2 ,数值以%表示,按式(2)计算:

$$W_2 = \frac{m_1}{m \times 10^3 \times 50/500} \times 100 = \frac{m_1}{m} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中的铅质量的数值,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0.0004%。

4.7.2 双硫脲比色法

称取1.00 g±0.01 g试样,加适量水溶解后作为试验溶液。

用移液管移取1 mL铅标准溶液[1 mL溶液含铅(Pb)0.01 mg]作为标准,以下按GB/T 8449中的规定进行测定。

4.8 水不溶物的测定

4.8.1 方法提要

将试样溶于水,用玻璃砂坩埚过滤,用水洗涤,使试样的主体与滤渣完全分离、烘干、称重,计算不溶物。

4.8.2 仪器

玻璃砂坩埚,滤板孔径5 μm~15 μm。

4.8.3 分析步骤

称取约20 g试样,精确至0.1 g,置于250 mL烧杯中,加入150 mL沸水,搅拌溶解,用于105℃~110℃烘干至恒重的玻璃砂坩埚过滤,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℃烘干至恒重。

4.8.4 结果计算

水不溶物的含量质量分数 W_3 ,数值以%表示,按式(3)计算:

$$W_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m_1 ——玻璃砂坩埚的质量数值,单位为克(g);

m_2 ——干燥后玻璃砂坩埚与水不溶物的质量数值,单位为克(g);

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%。

4.9 氟含量的测定

称取2.00 g±0.01 g试样,加少量水溶解。以下按HG 2927—1999中4.5.4条的规定操作。

标准比色溶液是取6 mL氟化物标准溶液[1 mL溶液含氟(F)0.01 mg],置于三口烧瓶中,与试样同样处理。

4.10 铵盐的测定

4.10.1 试剂和材料

4.10.1.1 氢氧化钠溶液:43 g/L。

4.10.1.2 石蕊试纸。

4.10.2 分析步骤

向10 mL氢氧化钠溶液中加入1 g样品,汽浴加热1 min。闻不到氨味和不使湿石蕊试纸(贴于表面皿背面)变红。

4.11 水分的测定

4.11.1 方法提要

在一定的温度和真空度下,将试样烘干至恒重,然后测定试样减少的质量。

4.11.2 仪器、设备

4.11.2.1 真空干燥箱:能控制在35℃±2℃,真空度为80 kPa~90 kPa(1 mmHg=133.322 Pa)。

4.11.2.2 称量瓶:φ50 mm×30 mm。

4.11.2.3 试验筛:R40/3系列φ200×50/355 μm,φ200×50/250 μm。

4.11.3 分析步骤

用预先在 $35^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 及真空度 $80\text{ kPa} \sim 90\text{ kPa}$ 下的干燥箱中恒重过的称量瓶,称量约 5 g 研磨至通过试验筛的孔径为 $250\ \mu\text{m} \sim 355\ \mu\text{m}$ 的试样,精确至 0.0002 g ,置于真空干燥箱中,于 $35^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 及 $80\text{ kPa} \sim 90\text{ kPa}$ 的真空度下干燥 1 h 。

4.11.4 结果计算

水分的质量分数 W_4 ,数值以%表示,按式(4)计算:

$$W_4 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_1 ——干燥后试料的质量数值,单位为克(g);

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 0.05% 。

5 检验规则

5.1 本标准分型式检验和出厂检验。

5.1.1 要求中的所有八项指标项目为型式检验项目。正常情况下,每三个月进行一次型式检验。

5.1.2 硫酸铝钾含量、重金属含量、砷含量、水不溶物、水分和铵盐为出厂检验项目,应逐批检验。

5.2 每批产品不超过 60 t 。

5.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时,用采样勺拨开物料表面,取出有代表性试样,将所采样品充分混匀,用四分法缩分至约 500 g ,再进一步制成实验室样品,分装于两个清洁、干燥、带封口的塑料袋中。袋上注明:生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一袋供检验用,另一袋置阴凉处,保存两个月备查。

5.4 食品添加剂硫酸铝钾应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。

5.5 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的食品添加剂硫酸铝钾进行验收。验收应在货到之日算起的一个月内进行。

5.6 检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的采样单元数的包装中采样进行复验,复验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

6 标志

6.1 食品添加剂硫酸铝钾包装袋上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、“食品添加剂”字样、净含量、批号或生产日期、生产许可证号、卫生许可证号、本标准编号,以及按 GB/T 191—2000 规定的标志 6“怕雨”标志图形。

7 包装、运输、贮存

7.1 食品添加剂硫酸铝钾的包装:块状硫酸铝钾采用单层塑料编织袋包装;粒状和粉状硫酸铝钾采用内衬食品级聚乙烯塑料薄膜袋的塑料编织袋的双层包装。内袋扎合,外袋缝合,缝线整齐,针距均匀,无漏缝和跳针现象。食品添加剂硫酸铝钾每袋净重 50 kg 或供需双方协商。

7.2 食品添加剂硫酸铝钾在运输过程中应有遮盖物。防止雨淋、受热、受潮、防止日晒,不得与有毒、有害物质混运,防止污染。

7.3 食品添加剂硫酸铝钾应贮存于阴凉、干燥、通风的库房中,防止受热、受潮,防止与有毒有害物质混贮,防止污染。