



中华人民共和国国家标准

GB 1894—2005
代替 GB 1894—1992

食品添加剂 无水亚硫酸钠

Food additive—Anhydrous sodium sulphite

2005-06-30 发布

2005-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准表 1 中部分指标为强制性,其余为推荐性。

本标准修改采用日本食品添加物公定书《亚硫酸钠》第七版(1999)(日文版)。

本标准根据日本食品添加物公定书第七版(日文版)重新起草。

考虑到我国国情,在采用日本食品添加物公定书时,本标准做了一些修改。本标准与日本食品添加物公定书的主要技术差异如下:

——考虑到国内用户的要求,将亚硫酸钠含量指标值提高为 96.0%(本版的 3.2)。

——对砷含量指标控制的更加严格,调整为 0.000 2%(本版的 3.2)。

——考虑到用户的要求,增加了铁含量和游离碱含量两项指标(本版的 3.2)。

——重金属含量和砷含量的测定采用了我国的国家标准中规定的方法(本版的 4.7 和 4.8)。

——增设了铁含量和游离碱含量两项指标的测定方法(本版的 4.5 和 4.6)。

——对澄清度测定方法中的称样量和稀释体积作了适当调整(本版的 4.9)。

本标准与国家标准 GB 1894—1992《食品添加剂 无水亚硫酸钠》的重大技术变化如下:

——取消了指标中的水不溶物含量指标(1992 年版的 3.2)。

本标准自实施之日起,代替 GB 1894—1992《食品添加剂 无水亚硫酸钠》。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC63/SC1)和中国疾病预防控制中心营养与食品安全所共同归口。

本标准起草单位:天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:郭凤鑫。

本标准于 1980 年首次发布,于 1992 年第一次修订。

食品添加剂 无水亚硫酸钠

1 范围

本标准规定了食品添加剂无水亚硫酸钠的技术要求、试验方法、检验规则、标志以及包装、运输和贮存。

本标准适用于食品添加剂无水亚硫酸钠。该产品在食品加工中用作防腐剂、漂白剂和疏松剂。

分子式： Na_2SO_3

相对分子质量：126.04(按 2001 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)或修订版均不适用于本标准，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 包装储运图示标志(eqv ISO 780:1997)

GB/T 3049—1986 化工产品中铁含量测定通用方法 邻菲罗啉分光光度法(eqv ISO 6685:1982)

GB/T 5009.74—2003 食品添加剂中重金属限量试验

GB/T 5009.76—2003 食品添加剂中砷的测定

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)

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用试剂及制品的制备

3 要求

3.1 外观：白色结晶粉末。

3.2 食品添加剂无水亚硫酸钠应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	指 标
亚硫酸钠(Na_2SO_3)的质量分数/% $\geq$	96.0
铁(Fe)的质量分数/% $\leq$	0.01
游离碱(以 Na_2CO_3 计)的质量分数/% $\leq$	0.60
重金属(以 Pb 计)的质量分数/% $\leq$	0.001
砷(As)的质量分数/% $\leq$	0.000 2
澄清度	通过试验
注：重金属(以 Pb 计)的质量分数和砷(As)的质量分数为强制性要求。	

4 试验方法

4.1 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, 操作者须小心谨慎! 如溅到皮肤上应立即用水冲洗, 严重者应立即治疗。使用易燃品时, 严禁使用明火加热。

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 中规定的三级水。

试验中所需标准溶液、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 的规定制备。

4.3 鉴别试验

4.3.1 试剂

4.3.1.1 盐酸溶液: 1+3;

4.3.1.2 碘溶液: 14 g/L;

称取 1.4 g 碘, 溶于 10 mL 360 g/L 碘化钾溶液中, 加 1~2 滴盐酸, 加水稀释至 100 mL, 贮存于棕色瓶中避光保存。

4.3.1.3 硝酸亚汞溶液: 150 g/L;

称取 15 g 硝酸亚汞, 溶于 90 mL 水和 10 mL (1+9) 硝酸溶液中, 加 1 滴汞, 避光密封保存。

4.3.2 鉴别

4.3.2.1 试验溶液的配制

称取 20.0 g $\pm$ 0.1 g 试样, 溶于 100 mL 水中, 临用时配制。

4.3.2.2 亚硫酸根鉴别

4.3.2.2.1 用 pH 试纸检验试验溶液, pH 值约为 9。

4.3.2.2.2 取 5 mL 试验溶液置于试管中, 滴入碘溶液, 黄色消退。

4.3.2.2.3 取 5 mL 试验溶液置于试管中, 滴入盐酸溶液, 有二氧化硫气体逸出。以硝酸亚汞溶液浸湿的滤纸试之, 呈黑色。

4.3.2.3 钠离子鉴别

将盐酸浸润的铂丝先无色火焰上燃烧至无色, 再蘸取少许试验溶液在无色火焰上燃烧, 火焰呈鲜黄色。

4.4 亚硫酸钠的测定

4.4.1 方法提要

在弱酸性溶液中, 加入一定过量的碘氧化亚硫酸盐。以淀粉为指示剂, 用硫代硫酸钠溶液滴定过量的碘。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 盐酸溶液: 1+1;

4.4.2.2 碘溶液: $c(\frac{1}{2}I_2)$ 约 0.1 mol/L;

4.4.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(Na_2S_2O_3)$ 约 0.1 mol/L;

4.4.2.4 淀粉指示液: 5 g/L (使用期为两周)。

4.4.3 分析步骤

迅速称取约 0.2 g 试样, 精确至 0.000 2 g。置于预先用滴定管加入 40.00 mL 碘溶液及 30 mL~50 mL 水的 250 mL 碘量瓶中, 加入 2 mL 盐酸溶液, 立即盖上瓶塞, 水封, 缓缓摇动溶解后, 置于暗处放置 5 min。以硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈淡黄色时, 加入约 3 mL 淀粉指示液, 继续滴定至蓝色消失即为终点。

同时作空白试验。

4.4.4 结果计算

亚硫酸钠(Na_2SO_3)的质量分数 w_1 , 数值以%表示, 按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{[(V - V_1)/1\,000]cM}{m} \times 100 = \frac{0.1(V - V_1)cM}{m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V ——滴定空白试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.4.2.3)的体积的数值, 单位为毫升(mL);

V_1 ——滴定试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.4.2.3)的体积的数值, 单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料质量的数值, 单位为克(g);

M ——亚硫酸钠($\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{SO}_3$)的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) ($M=63.02$)。

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0.3%。

4.5 铁含量的测定

4.5.1 方法提要

用抗坏血酸将试液中三价铁离子还原成二价铁离子, 在 pH 为 2~9 时, 二价铁离子与邻菲罗啉生成橙红色络合物, 用分光光度计在最大吸收波长(510 nm)处测量吸光度。

4.5.2 试剂

按 GB/T 3049—1986 第 3 章

盐酸。

4.5.3 仪器

按 GB/T 3049—1986 第 4 章。

4.5.4 分析步骤

4.5.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—1986 的 5.3 条规定, 使用 3 cm 的吸收池及相应的铁标准溶液, 绘制工作曲线。

4.5.4.2 试验溶液的制备

称取约 1 g 试样, 精确至 0.01 g。置于 150 mL 烧杯中, 用 10 mL 水溶解, 加入 5 mL 盐酸, 在水浴上蒸干。用水溶解残渣后, 全部移入 100 mL 容量瓶中, 备用。

4.5.4.3 空白试验溶液的制备

除不加试料外, 加入的其他试剂量与试验溶液的制备完全相同, 并同时处理。

4.5.4.4 测定

在装有试验溶液和空白试验溶液的容量瓶中, 加水至 60 mL, 以下操作按 GB/T 3049—1986 的 5.4 条的规定, 从“用盐酸溶液或氨水溶液调节 pH 约为 2……”开始, 至“……测量试液和试剂空白溶液的吸光度”为止。

选用 3 cm 吸收池, 按 GB/T 3049—1986 的 5.4 条的规定测量吸光度, 从工作曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中铁的质量。

4.5.5 结果计算

铁(Fe)的质量分数 w_2 , 数值以%表示, 按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^{-3}}{m} \times 100 = \frac{0.1(m_1 - m_2)}{m} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_2 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中铁的质量的数值,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,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.000 5%。

4.6 游离碱含量的测定

4.6.1 方法提要

试样中加入过氧化氢,将亚硫酸盐氧化,用盐酸标准滴定溶液滴定试样中的游离碱。

4.6.2 试剂

4.6.2.1 过氧化氢溶液:质量分数为20%,加入甲基红指示液,用氢氧化钠溶液[$c(\text{NaOH})$ 约0.1 mol/L]中和;

4.6.2.2 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})$ 约0.1 mol/L;

4.6.2.3 甲基红指示液:1 g/L。

4.6.3 仪器

微量滴定管:分度值为0.02 mL。

4.6.4 分析步骤

称取约2 g试样,精确至0.01 g。置于250 mL锥形瓶中,用20 mL水溶解,加5 mL过氧化氢溶液,摇匀,在水浴上将溶液蒸发至约为原体积的1/2。冷却,加10 mL水,1滴甲基红指示液,使用微量滴定管,用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为红色即为终点。

4.6.5 结果计算

游离碱含量以碳酸钠(Na_2CO_3)的质量分数 w_3 计,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(V/1\,000)cM}{m} \times 100 = \frac{0.1VcM}{m} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

V ——滴定试验溶液所消耗的盐酸标准滴定溶液(4.6.2.2)的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——碳酸钠($\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{CO}_3$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=52.99$)。

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%。

4.7 重金属含量的测定

称取2.00 g±0.01 g试样,置于100 mL烧杯中,加15 mL热水溶解,加5 mL盐酸,在水浴上蒸干。加10 mL热水和2 mL盐酸溶解残渣,在水浴上蒸干。然后用2 mL(1+20)冰乙酸溶液和适量水溶解残渣,全部移入50 mL比色管中,作为试验溶液。

标准比色溶液的制备:在100 mL烧杯中加25 mL水和7 mL盐酸,在水浴上蒸干后,加2 mL(1+20)冰乙酸溶液和适量水溶解,全部移入50 mL比色管中,用移液管加入2.00 mL铅标准溶液(1 mL溶液含有10 μgPb)。以下按GB/T 5009.74—2002第6章进行操作。

4.8 砷含量的测定

称取1.00 g±0.01 g试样,置于100 mL烧杯中,加10 mL水溶解,加2 mL硫酸,蒸发至冒白烟。冷却,加适量水溶解,全部移入锥形瓶中,加水至体积约25 mL,作为试验溶液。

标准溶液的制备:加10 mL水和2 mL硫酸于100 mL烧杯中,蒸发至冒白烟。冷却,加适量水溶解,全部移入锥形瓶中。用移液管加入2.00 mL砷标准溶液(1 mL溶液含有1 μgAs),加水至体积约25 mL。以下按GB/T 5009.76—2002的第2.4条进行操作。

4.9 澄清度

4.9.1 试剂

4.9.1.1 硝酸溶液:1+3;

4.9.1.2 硝酸银溶液:20 g/L;

4.9.1.3 糊精溶液:20 g/L;

4.9.1.4 氯化物标准溶液:1 mL 溶液含有氯(Cl)0.01 mg,临用时配制;

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯化物标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.9.2 分析步骤

4.9.2.1 标准比浊溶液的配制

用移液管移取 0.5 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、1 mL 硝酸银溶液,加水至刻度,混匀,在避开直射阳光处放置 15 min。

4.9.2.2 比较

称取 $1.25\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于 100 mL 烧杯中,用水溶解后全部移入 25 mL 比色管中,加水至刻度。摇匀,将此溶液与标准比浊溶液比较,避开直射阳光,从上方及侧面观察时,试验溶液的浊度不得大于标准比浊溶液所示的浊度,溶液中几乎看不到有浮游物等异物混入。

5 检验规则

5.1 本标准表 1 要求中的所有指标项目均为出厂检验项目。

5.2 每批产品不超过 30 t。

5.3 按照 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时将采样器自包装桶口斜插入料层深度的 3/4 处采样。将所采样品迅速混匀,用四分法缩分至 500 g,分装于两个清洁干燥带磨口塞的广口瓶(或塑料袋)中,密封。瓶(袋)上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶(袋)用于检验,另一瓶(袋)保存三个月备查。

5.4 食品添加剂无水亚硫酸钠应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的要求进行检验,生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。

5.5 检验结果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复验,复验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 食品添加剂无水亚硫酸钠包装袋(桶)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、净含量、批号或生产日期、本标准编号、卫生许可证号、“食品添加剂”等字样,以及 GB/T 191 中规定的“怕雨”标志。

6.2 每批出厂的食品添加剂无水亚硫酸钠都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明、本标准编号及卫生许可证号。

7 包装、运输和贮存

7.1 食品添加剂无水亚硫酸钠采用专用内衬聚乙烯塑料袋,外套塑料编织袋(或铁桶)双层包装。内袋扎口或热合,外袋应牢固缝口。缝线整齐,针距均匀。无漏缝或跳线现象。每袋(桶)净含量 25 kg。或按用户要求进行包装。

7.2 食品添加剂无水亚硫酸钠在运输过程中,防止雨淋及日晒,严禁与有毒物质混运。

7.3 食品添加剂无水亚硫酸钠在贮存于阴凉、干燥的库房中,不得与氧化剂、强酸及有毒有害物品同贮。

7.4 食品添加剂无水亚硫酸钠保质期为 2 年,逾期检验合格,仍可继续使用。