



中华人民共和国国家标准

GB 1886.62—2015

食品安全国家标准 食品添加剂 硅酸镁

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

食品安全国家标准

食品添加剂 硅酸镁

1 范围

本标准适用于由硅酸钠和可溶性镁盐经沉淀反应生成的食品添加剂硅酸镁。

2 技术要求

2.1 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	取适量试样置于白瓷盘中,在自然光线下观察其色泽和状态
状态	粉末	

2.2 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
氧化镁(MgO,以灼烧基计),w/%	≥ 15.0	附录 A 中 A.3
二氧化硅(SiO ₂ ,以灼烧基计),w/%	≥ 67.0	附录 A 中 A.4
干燥减量,w/%	符合声称	GB 5009.3 直接干燥法 ^a
灼烧减量(以干基计),w/%	符合声称	附录 A 中 A.5
可溶性盐,w/%	≤ 3.0	附录 A 中 A.6
游离碱(以 NaOH 计), w/%	≤ 1.0	附录 A 中 A.7
氟化物/(mg/kg)	≤ 10	附录 A 中 A.8
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 5.0	GB 5009.75
^a 干燥温度为 105℃±2℃,干燥时间为 2 h。		

附录 A 检验方法

A.1 一般规定

本标准除另有规定外,所用试剂的纯度均为分析纯,所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,应按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备,试验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规定。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.2 鉴别试验

A.2.1 pH 试验

称取适量试样,用水配制成 100 g/L 浆状溶液,溶液 pH 为 7.0~11.0。

A.2.2 镁的鉴别

A.2.2.1 试剂和材料

A.2.2.1.1 盐酸溶液:1+9。

A.2.2.1.2 氨水溶液:1+9。

A.2.2.1.3 碳酸铵溶液:将 20 g 碳酸铵溶于 20 mL 氨水溶液中,加水稀释至 100 mL。

A.2.2.1.4 磷酸钠溶液:将磷酸氢二钠($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)溶于水,配制成 120 g/L 的溶液。

A.2.2.2 鉴别方法

称取约 0.5 g 试样,与 10 mL 盐酸溶液混合,过滤,收集滤液。用氨水溶液中和滤液至石蕊试纸呈中性,加入 5 mL 碳酸铵溶液,搅拌均匀,此时不应产生沉淀。再加入 5 mL 磷酸钠溶液,观察到白色结晶沉淀,加入 10 mL 氨水溶液,白色结晶沉淀不溶解。

A.2.3 硅酸盐的鉴别

用铂丝环蘸取磷酸铵钠结晶数粒,在无色火焰上熔化成小球后,趁热蘸取样品,再熔融,二氧化硅即浮于小球表面,放冷,呈网状结构的不透明小球状。

A.3 氧化镁(MgO,以灼烧基计)的测定

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 硫酸标准滴定溶液: $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)=1\text{ mol/L}$ 。

A.3.1.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=\text{mol/L}$ 。

A.3.1.3 甲基橙指示液:1 g/L。

A.3.2 分析步骤

称取试样约 1.5 g,精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 锥形瓶中,用移液管加入 50.0 mL 硫酸标准滴定

溶液,在蒸气浴上加热 1 h,冷却至室温,加入几滴甲基橙指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定过量的酸,滴定至溶液由红色变为橙色,30 s 内不恢复原色即为滴定终点。

A.3.3 结果计算

氧化镁(MgO,以灼烧基计)的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_0 \times c_0 - V \times c) \times M}{m \times (1 - w_0) \times (1 - w_3) \times 1\,000 \times 2} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

- V_0 ——硫酸标准滴定溶液的体积($V_0 = 50$),单位为毫升(mL);
- c_0 ——硫酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V ——试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- M ——氧化镁的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), [$M(\text{MgO}) = 40.3$];
- m ——试样的质量,单位为克(g);
- w_0 ——试样干燥减量的质量分数,%;
- w_3 ——试样灼烧减量的质量分数,%;
- 1 000——体积换算系数;
- 2 ——摩尔换算系数。

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的绝对差值不大于 1.0%。

A.4 二氧化硅(SiO_2 ,以灼烧基计)的测定

A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 氢氟酸。

A.4.1.2 硫酸。

A.4.1.3 硫酸溶液: $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) = 1 \text{ mol/L}$ 。

A.4.2 仪器和设备

A.4.2.1 铂坩埚:50 mL。

A.4.2.2 高温炉:温度能控制为 $900 \text{ }^\circ\text{C} \pm 50 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

A.4.3 分析步骤

称取试样 0.7 g,精确至 0.000 1 g,置于一个 150 mL 烧杯中,用移液管移入 20 mL 硫酸溶液,在蒸气浴上加热 1.5 h,用无灰滤纸过滤。用约 100 mL $60^\circ\text{C} \sim 80^\circ\text{C}$ 热水洗涤残渣 3 次。将滤纸及残渣一起转移至铂坩埚中,在电炉上缓慢加热干燥、灰化,然后在 $900 \text{ }^\circ\text{C}$ 高温炉上强烈灼烧 30 min,冷却后,称重(m_1)。用水润湿残渣,并加入 6 mL 氢氟酸和 3 滴硫酸,在电炉上缓慢蒸发至干,在 $900 \text{ }^\circ\text{C}$ 高温炉上灼烧 5 min,冷却后,称重(m_2)。两次称重差即为 SiO_2 的质量。

A.4.4 结果计算

二氧化硅(SiO_2 ,以灼烧基计)的质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算:

$$\omega_2 = \frac{m_1 - m_2}{m \times (1 - \omega_0) \times (1 - \omega_3)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

- m_1 ——灼烧后坩埚连同滤渣的质量,单位为克(g);
- m_2 ——加酸灼烧后坩埚连同滤渣的质量,单位为克(g);
- m ——试样的质量,单位为克(g);
- ω_0 ——试样干燥减量的质量分数,%;
- ω_3 ——试样灼烧减量的质量分数,%。

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的绝对差值不大于 1.0%。

A.5 灼烧减量(以干基计)的测定

A.5.1 分析步骤

将干燥减量测定中保留的试样,置于高温炉中,在 900 °C ~ 1 000 °C 下灼烧 20 min。

A.5.2 结果计算

灼烧减量(以干基计)的质量分数 ω_3 ,按式(A.3)计算:

$$\omega_3 = \frac{m_3 - m_4}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

- m_3 ——干燥减量测定中保留的试样连同坩埚的总质量,单位为克(g);
- m_4 ——灼烧残渣连同坩埚的质量,单位为克(g);
- m ——干燥减量测定中保留的试样的质量,单位为克(g)。

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的绝对差值不大于 0.5%。

A.6 可溶性盐的测定

A.6.1 试样溶液的制备

称取 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于烧杯中,加入 150 mL 水,在电炉上加热煮沸 15 min。冷却至室温,加水补足至原体积。将混合物静置 15 min,过滤至滤液澄清。保留 20 mL 该滤液,用于游离碱的测定。

A.6.2 测定

取 75 mL 试样溶液,加入 25 mL 水,摇匀。取 50 mL 该混合溶液(相当于 2.5 g 试样),置于已恒重的坩埚中,在蒸气浴上蒸干,然后在电炉上再缓缓灼烧至恒重。残渣的质量应不超过 75 mg,即可溶性盐的质量分数不超过 3.0%。

A.7 游离碱(以 NaOH 计)的测定

A.7.1 试剂和材料

A.7.1.1 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.7.1.2 酚酞指示液:10 g/L。

A.7.2 分析步骤

取 20 mL 试样溶液(A.6.1)(相当于 1 g 试样),加入 2 滴酚酞指示液。如果出现粉红色,则用盐酸标准滴定溶液滴定至无色,所消耗的盐酸标准滴定溶液应不超过 2.5 mL,即游离碱(以 NaOH 计)的质量分数不超过 1%。

A.8 氟化物的测定

A.8.1 试剂和材料

A.8.1.1 乙二胺四乙酸二钠。

A.8.1.2 三羟甲基氨基甲烷。

A.8.1.3 氟化钠。

A.8.1.4 氢氧化钠溶液:5 mol/L。

A.8.1.5 盐酸溶液:1 mol/L。

A.8.1.6 水:GB/T 6682—2008 中规定的二级水。

A.8.2 仪器和设备

A.8.2.1 电位计:精度为 ± 0.2 mV。

A.8.2.2 电极:指示电极为适宜的氟离子选择电极;参比电极为饱和甘汞电极。

A.8.2.3 烧杯:聚四氟乙烯材质。

A.8.3 分析步骤

A.8.3.1 乙二胺四乙酸二钠-三羟甲基氨基甲烷溶液的制备

将 18.6 g 乙二胺四乙酸二钠和 6.05 g 三羟甲基氨基甲烷置于一个 250 mL 烧杯中,加入 200 mL 热水,搅拌至溶解。用 5 mol/L 氢氧化钠溶液调节溶液 pH 至 7.5~7.6,冷却,再用 5 mol/L 氢氧化钠溶液调节溶液 pH 至 8.0。将溶液转移至 250 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,混匀,贮存于塑料容器中。

A.8.3.2 标准储备液的制备

称取 2.210 g 氟化钠,溶于 50 mL 水。将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,混匀,作为浓缩标准储备液。吸取此溶液 10 mL,置于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,混匀,作为稀释标准储备液。最终稀释标准储备液中氟化物的浓度为 100 mg/kg。

注:所有的浓缩和稀释标准氟化物溶液都应贮存在塑料容器中。此标准溶液及下面的试样溶液都应在使用当天制备。

A.8.3.3 标准溶液的制备

吸取标准储备液 10 mL 和 1 mL,分别置于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。两种标准溶液分别含氟 10 mg/kg 和 1 mg/kg。

A.8.3.4 试样溶液的制备

将 5.0 g 试样置于 150 mL 烧杯中,加 40 mL 水和 20 mL 盐酸溶液,在不断搅拌下加热至微沸 1 min。在冰浴中冷却,转移至 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。静置后取上清液为试样溶液。

A.8.3.5 标准曲线的绘制

吸取两种标准溶液各 20 mL,分别置于 100 mL 烧杯中。在每个烧杯中加入 10 mL 乙二胺四乙酸二钠-三羟甲基氨基甲烷溶液。用电位测定装置(电极与电位计相连)分别测定标准溶液的电位。以指示电极的电位(mV)为纵坐标,以氟离子的浓度(mg/kg)为横坐标,绘制标准曲线。

A.8.3.6 测定

吸取 20 mL 试样溶液,置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 乙二胺四乙酸二钠-三羟甲基氨基甲烷溶液,然后按照 A.8.3.5 中所述方法测定试样溶液的电位(mV)。对照标准曲线,由测得的试样溶液的电位计算出氟化物的含量(mg/kg)。
