中华人民共和国国家标准

GB 14936—2012

食品安全国家标准
食品添加剂 硅藻土

2012-12-25 发布　　2013-01-25 实施

中华人民共和国卫生部　发布

前　　言

本标准代替GB 14936-2012《食品安全国家标准 硅藻土》。

本标准与GB 14936-2012相比，主要变化如下：

——修改了标准名称；

——修改了范围；

——删除了术语和定义；

——修改了技术要求；

——修改了检验方法。

食品安全国家标准

食品添加剂 硅藻土

1 范围

本标准适用于以天然硅藻土为原料经过干燥、焙烧、酸洗、分级等工艺制成的硅藻土干燥品、酸洗品、焙烧品及助熔焙烧品的食品添加剂硅藻土。

2 技术要求

2.1 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
	干燥品	酸洗品	焙烧品	助熔焙烧品	
色泽	灰色到近白色	白色	粉红色到浅黄色	白色或粉白色	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	粉末				

2.2 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
		干燥品	酸洗品	焙烧品	助熔焙烧品	
砷（As）/（mg/kg）	≤	5				附录 A 中 A.4
铅（Pb）/（mg/kg）	≤	4				附录 A 中 A.5
干燥减量, *w*/%	≤	10.0		3.0		附录 A 中 A.6
灼烧减量（以干基计）, *w*/%	≤	7.0	—	0.5		附录 A 中 A.7
非硅物质（以干基计）, *w*/%	≤	25.0				附录 A 中 A.8
pH（100 g/L 溶液）		5.0～10.0			8.0～11.0	附录 A 中 A.9

附录 A

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 602 和 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 仪器和设备

显微镜：10倍或大于10倍（物镜）×10（目镜）。

A.3.2 鉴别方法

于载玻片上滴1滴水，然后加入微量试样，盖上盖玻片，显微镜下观察，可观察到典型的硅藻形状。

A.4 砷（As）的测定

A.4.1 试样溶液A的制备

称取 10.00 g±0.01 g 试样，置于 250 mL 烧杯中，加入 50 mL 盐酸溶液，用玻璃表面皿盖上烧杯，于 70 ℃加热 15 min。冷却，用慢速定性滤纸将上层清液过滤到 100 mL 容量瓶中。用三份 10 mL 热水洗涤滤浆，并用 15 mL 热水洗滤纸。用水稀释至刻度，摇匀。保留此试样溶液 A，供 A.5 铅的测定时使用。

A.4.2 测定

按照 GB/T 5009.76 规定的方法进行测定。

A.5 铅（Pb）的测定

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 三氯甲烷。

A.5.1.2 盐酸。

A.5.1.3 硝酸。

A.5.1.4 硫酸。

A.5.1.5 氢氧化钠溶液：250 g/L。

A.5.1.6 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵（APDC）溶液：20 g/L。使用前过滤。

A.5.1.7 铅（Pb）标准溶液：0.004 mg/mL。

A.5.1.8 水：符合 GB 6682—2008 中二级水的规定。

A.5.2 仪器和设备

A.5.2.1 分液漏斗：250 mL。

A.5.2.2 原子吸收分光光度计：配有铅空心阴极灯。

A.5.3 分析步骤

A.5.3.1 玻璃仪器的清洗

所用玻璃仪器均以硝酸溶液（1＋1）浸泡过夜，用自来水反复冲洗，最后用水冲洗干净。

A.5.3.2　试样溶液B的制备

移取 10.00 mL 试样溶液 A（A.4.1），置于 150 mL 烧杯中，加 30 mL 水，加入 1 mL 盐酸。加热煮沸几分钟，冷却，稀释至 100 mL，用氢氧化钠溶液调整溶液 pH 为 1.0～1.5（用 pH 0.5～5.0 的精密试纸检测）。将此溶液转移至 250 mL 分液漏斗中，用水稀释至约 200 mL。加 2 mL 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵（APDC）溶液，混合。分别用 20 mL 三氯甲烷萃取两次，收集萃取物于 50 mL 烧杯中，蒸汽浴蒸发至干（此操作必须在通风橱中进行），于残渣中加入 3 mL 硝酸，继续蒸发至近干。加入 0.5 mL 硝酸和 10 mL 水，加热至溶液体积约为 3 mL～5 mL。转移至 10 mL 容量瓶，用水稀释至刻度，摇匀。

A.5.3.3　标准溶液的制备

移取 1.00 mL 铅标准溶液置于 150 mL 烧杯中，加 30 mL 水，加入 1 mL 盐酸。加热煮沸几分钟，冷却，稀释至 100 mL。用氢氧化钠溶液调整溶液 pH 为 1.0～1.5（用 pH 0.5～5.0 的精密试纸检测）。以下操作同 A.5.3.2 中“将此溶液转移至 250 mL 分液漏斗……转移至 10 mL 容量瓶，用水稀释至刻度，摇匀”。

A.5.3.4　测定

使用空气-乙炔火焰，在 283.3 nm 波长处，用水调零，测定试样溶液 B 的吸光度。试样溶液 B 的吸光度不应超过标准溶液的吸光度。

A.6　干燥减量的测定

A.6.1　仪器和设备

A.6.1.1　称量瓶：ϕ40 mm×25 mm。

A.6.1.2　电热恒温干燥箱：温度可控制在105 ℃±2 ℃。

A.6.2　分析步骤

称取约 2 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于预先在 105 ℃±2 ℃下干燥至质量恒定的称量瓶中，于 105℃±2 ℃电热恒温干燥箱中干燥 2 h，取出，冷却至室温，称量。此为试样 A，供 A.7 灼烧减量和 A.8 非硅物质测定时使用。

A.6.3　结果计算

干燥减量的质量分数 w_1，按式（A.1）计算：

$$w_1 = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \quad \cdots\cdots\cdots\

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

式中：

m_1——灼烧后试样 A 的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试样 A 质量的数值，单位为克（g）。

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 0.05%。

A.8 非硅物质的测定

A.8.1 试剂和材料

A.8.1.1 氢氟酸。

A.8.1.2 硫酸溶液：1＋2。

A.8.2 仪器和设备

A.8.2.1 铂坩埚。

A.8.2.2 高温炉：可控温度800 ℃±25 ℃。

A.8.3 分析步骤

称取约 0.2 g 试样 A（A.6.2），精确至 0.000 2 g，置于预先在 800 ℃±25 ℃下灼烧至质量恒定的铂坩埚中，加入 5 mL 氢氟酸和 2 滴硫酸溶液，慢慢蒸发至干。冷却，再加入 5 mL 氢氟酸，再次蒸干。于 800 ℃±25 ℃高温炉中灼烧至质量恒定。

A.8.4 结果计算

非硅物质的质量分数 w_3，按式（A.3）计算：

$$w_3 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \quad \cdots\cdots (A.3)$$

式中：

m_1——灼烧后试样 A 和铂坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m_0——铂坩埚的质量数值，单位为克（g）；

m ——试样 A 质量的数值，单位为克（g）。

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.9 pH 的测定

A.9.1 仪器和设备

A.9.1.1 玻璃砂芯坩埚：滤板孔径为5 μm～15 μm。

A.9.1.2 酸度计：配有玻璃电极和甘汞电极。

A.9.2 分析步骤

称取 10.00 g±0.01 g 试样，置于 150 mL 烧杯中，加入 100 mL 不含二氧化碳的水混合，煮沸 30 min，用水补充至 100 mL，用玻璃砂芯坩埚过滤。然后按照 GB/T 23769 规定的方法进行测定。

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。