



中华人民共和国国家标准

GB 1886.229—2016

食品安全国家标准

食品添加剂 硫酸铝钾(又名钾明矾)

2016-08-31 发布

2017-01-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本标准代替 GB 1895—2004《食品添加剂 硫酸铝钾》。

本标准与 GB 1895—2004 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 食品添加剂 硫酸铝钾(又名钾明矾)”;
- 增加了硫酸铝钾干燥品的技术要求;
- 修改了铅指标要求;
- 删除了水不溶物、重金属、水分指标要求;
- 增加了硒指标要求。

食品安全国家标准

食品添加剂 硫酸铝钾(又名钾明矾)

1 范围

本标准适用于天然明矾矿石法和氢氧化铝法、铝矾土法生产的食品添加剂硫酸铝钾。

2 分子式和相对分子质量

2.1 分子式

十二水合硫酸铝钾： $\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

2.2 相对分子质量

十二水合硫酸铝钾：474.37(按 2013 年国际相对原子质量)

3 技术要求

3.1 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	无色透明	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	块状、粒状或晶状粉末	

3.2 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
	十二水合硫酸铝钾	硫酸铝钾干燥品 ^a	
硫酸铝钾 $[\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 含量(以干基计), $\omega/\%$ \geq	99.5	—	附录 A 中 A.4
硫酸铝钾 $[\text{AlK}(\text{SO}_4)_2]$ 含量(以干基计), $\omega/\%$ \geq	—	96.5	附录 A 中 A.4

表 2 (续)

项 目	指 标		检验方法
	十二水合硫酸铝钾	硫酸铝钾干燥品 ^a	
铅(Pb)/(mg/kg) ≤	5.0		GB 5009.12 或 GB 5009.75
砷(As)/(mg/kg) ≤	2.0		GB 5009.76
氟(F)/(mg/kg) ≤	30.0		GB/T 5009.18
硒(Se)/(mg/kg) ≤	30.0		GB 5009.93
干燥减量, w/% ≤	—	13.0	附录 A 中 A.5
^a 十二水合硫酸铝钾经干燥后制得的硫酸铝钾干燥品。			

附录 A 检验方法

A.1 警示

本检验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,操作者须小心谨慎!如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗,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。试验中所用标准滴定溶液、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 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。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 试剂和材料

A.3.1.1 盐酸。

A.3.1.2 盐酸溶液:1+4。

A.3.1.3 氯化钡溶液:50 g/L。

A.3.1.4 乙酸铵溶液:100 g/L。

A.3.1.5 氢氧化钠溶液:40 g/L。

A.3.1.6 氨水溶液(10%)。

A.3.1.7 乙酸铅溶液:100 g/L。称取 10.0 g 乙酸铅,加入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。

A.3.1.8 硫化铵溶液:取 60 mL 氨水溶液,通硫化氢气体饱和后,再加 40 mL 氨水溶液。

A.3.1.9 红色石蕊试纸。

A.3.2 仪器和设备

A.3.2.1 真空干燥箱:温度能控制为 $35\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$,真空度能控制为 80 kPa~90 kPa。

A.3.2.2 试验筛: $\phi 200\text{ mm}\times 50\text{ mm}-0.25/0.16$ GB/T 6003.1—2012。

A.3.3 鉴别方法

A.3.3.1 硫酸根的鉴别

称取约 10 g 预先研磨并在 $35\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 及真空度 80 kPa~90 kPa 下的真空干燥箱中干燥至质量恒定的试样,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),此溶液为试样溶液 A。

取试样溶液 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。

取试样溶液 A,加乙酸铅溶液,即发生白色沉淀,可在乙酸铵溶液或氢氧化钠溶液中溶解。

A.3.3.2 铝离子的鉴别

取试样溶液 A,加氨水溶液或硫化铵溶液,即发生白色沉淀,能在盐酸溶液或冰乙酸中溶解,不溶于氨水溶液或铵盐溶液。

A.3.3.3 钾离子的鉴别

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

A.3.3.4 铵离子的鉴别

称取约 1 g 试样,置于 50 mL 烧杯中,加 10 mL 氢氧化钠溶液,汽浴加热 1 min,无氨气放出(用润湿红色石蕊试纸检验,不变蓝)。

A.4 硫酸铝钾含量的测定

A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 氨水溶液:1+1。

A.4.1.2 盐酸溶液:1+1。

A.4.1.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH≈6)。

A.4.1.4 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液: $c(\text{EDTA})=0.05 \text{ mol/L}$ 。

A.4.1.5 氯化锌标准滴定溶液: $c(\text{ZnCl}_2)=0.05 \text{ mol/L}$ 。用移液管移取 GB/T 601 中氯化锌标准滴定溶液 100 mL,置于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

A.4.1.6 二甲酚橙指示液:2 g/L。

A.4.1.7 刚果红试纸。

A.4.2 仪器和设备

A.4.2.1 电热恒温干燥箱:温度能控制为 $200 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

A.4.2.2 试验筛: $\phi 200 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}-0.25/0.16 \text{ GB/T } 6003.1-2012$ 。

A.4.3 分析步骤

A.4.3.1 硫酸铝钾 $[\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ (以干基计)的测定

用移液管移取 25 mL 试样溶液 A,置于 250 mL 锥形瓶中,再用移液管移取 50 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液,煮沸 5 min,冷却至室温,加入一小块刚果红试纸,然后用氨水溶液调至试纸呈紫红色(pH 5~6),加 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液后加入 3 滴~4 滴二甲酚橙指示液,用氯化锌标准滴定溶液滴定至橙黄色即为终点。

同时同样做空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他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.4.3.2 硫酸铝钾 $[\text{AlK}(\text{SO}_4)_2]$ (以干基计)的测定

称取约 5.0 g 预先研磨且通过试验筛并在 $200 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 电热恒温干燥箱中干燥 4 h 的试样,精确至

0.000 2 g,置于 150 mL 烧杯中,加入 80 mL 水,12 mL 盐酸溶液,加热溶解。冷却后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

用移液管移取 25 mL 上述试样溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,再用移液管移取 50 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液,煮沸 5 min,冷却至室温,加入一小块刚果红试纸,然后用氨水溶液调至试纸呈紫红色(pH 5~6),加 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液后加入 3 滴~4 滴二甲酚橙指示液,用氯化锌标准滴定溶液滴定至橙黄色即为终点。

同时同样做空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他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

硫酸铝钾含量的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{c \times (V_0 - V_1) \times M \times 500}{m \times 1\,000 \times 25} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

- c ——氯化锌标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_0 ——空白试验溶液消耗的氯化锌标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——试样溶液消耗氯化锌标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- M ——十二水合硫酸铝钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol) $\{M[\text{AlK}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}] = 474.37\}$;硫酸铝钾干燥品的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol) $\{M[\text{AlK}(\text{SO}_4)_2] = 258.19\}$;
- 500 ——试样溶液的总体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样的质量,单位为克(g);
- 1 000 ——换算因子;
- 25 ——移取试样溶液的体积,单位为毫升(mL)。

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 0.3%。

A.5 干燥减量的测定

A.5.1 仪器和设备

A.5.1.1 电热恒温干燥箱:温度能控制为 $200\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 。

A.5.1.2 称量瓶: $\phi 50\text{ mm} \times 30\text{ mm}$ 。

A.5.2 分析步骤

称取约 6.0 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于预先于 $200\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定的称量瓶中,于 $200\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 下干燥 4 h。

A.5.3 结果计算

干燥减量的质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 100\% \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

m_1 ——称量瓶和试样干燥前的质量,单位为克(g)；

m_2 ——称量瓶和试样干燥后的质量,单位为克(g)；

m_3 ——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%。
