



中华人民共和国国家标准

GB 29206—2012

食品安全国家标准 食品添加剂 硫酸铵

A.7 铅(Pb)的测定

A.7.1 试剂和材料

- A.7.1.1 盐酸。
 A.7.1.2 硝酸。
 A.7.1.3 三氯甲烷。
 A.7.1.4 氢氧化钠溶液:250 g/L。
 A.7.1.5 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵(APDC)溶液:20 g/L。使用前过滤。
 A.7.1.6 铅(Pb)标准溶液:0.005 mg/mL。
 A.7.1.7 精密 pH 试纸:0.5~5.0。
 A.7.1.8 水:符合 GB/T 6682—2008 中二级水的规定。

A.7.2 仪器和设备

- A.7.2.1 分液漏斗:250 mL。
 A.7.2.2 原子吸收分光光度计(配有铅空心阴极灯)。

A.7.3 分析步骤

A.7.3.1 玻璃仪器的清洗

所用玻璃仪器:均以硝酸溶液(1+2)浸泡过夜,用自来水反复冲洗,最后用水冲洗干净。

A.7.3.2 试样溶液的制备

称取 5.00 g±0.01 g 试样,置于 150 mL 烧杯中,加 30 mL 水溶解,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。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,收集三氯甲烷层于 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,继续于汽浴蒸发至近干。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.7.3.3 标准溶液的制备

移取 3.00 mL 铅标准溶液置于 150 mL 烧杯中,加入 30 mL 水,以下操作同 A.7.3.2 中“加入 1 mL 盐酸……转移至 10 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀”。

A.7.3.4 测定

使用空气-乙炔火焰,于 283.3 nm 波长处,以水调零,测定吸光值,试样溶液吸光值不应高于标准溶液吸光值。



GB 29206-2012

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-46224

定价: 14.00 元

2012-12-25 发布

2013-01-25 实施

中华人民共和国卫生部 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食 品 安 全 国 家 标 准
食 品 添 加 剂 硫 酸 铵

GB 29206—2012

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 12 千字
2013年2月第一版 2013年2月第一次印刷

*

书号: 155066·1-46224 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

A.5.4 结果计算

灼烧残渣含量的质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算:

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

式中:

m_1 ——瓷坩埚和残渣的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——瓷坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m ——试样的质量的数值,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0.03%。

A.6 硒(Se)的测定

A.6.1 试剂和材料

A.6.1.1 环己烷。

A.6.1.2 盐酸羟胺。

A.6.1.3 盐酸溶液:1+2。

A.6.1.4 氨水溶液:1+2。

A.6.1.5 硒(Se)标准溶液:0.001 mg/mL。

A.6.1.6 2,3-二氨基萘溶液:称取0.100 g 2,3-二氨基萘和0.500 g 盐酸羟胺,溶解在100 mL 0.1 mol/L 盐酸溶液中。

A.6.1.7 精密pH试纸:0.5~5.0。

A.6.2 仪器和设备

A.6.2.1 分液漏斗:125 mL。

A.6.2.2 分光光度计:配有1 cm光程的比色皿。

A.6.3 分析步骤

A.6.3.1 试样溶液的制备

称取0.20 g±0.01 g 试样,置于150 mL 烧杯中,加25 mL 盐酸溶液溶解试样。加入5 mL 氨水溶液,然后用氨水溶液调节溶液的pH为1.8~2.2(用精密pH试纸检查),用水稀释至约60 mL,转移至分液漏斗中,在烧杯中加10 mL 水,0.2 g 盐酸羟胺,搅拌至溶解,转移至分液漏斗中。立刻加5.0 mL 2,3-二氨基萘溶液。塞上塞子,摇匀,在室温放置100 min。加5.0 mL 环己烷,用力振摇2 min,静置分层,弃去水相,保留萃取液。

A.6.3.2 标准溶液的制备

用移液管移取6 mL 硒标准溶液,置于150 mL 烧杯中,加入25 mL 盐酸溶液。以下操作同A.6.3.1中“加入5 mL 氨水溶液……保留萃取液”。

A.6.3.3 测定

于380 nm处使用1 cm 比色皿测定萃取液的吸光值,试样溶液的吸光值不应大于标准溶液的吸光值。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 甲醛溶液:1+1。将 200 mL 甲醛加入 200 mL 水中,混匀,加入 2 滴酚酞指示液,滴加氢氧化钠溶液(1 mol/L)至溶液呈微粉红色。

A.4.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}$ 。

A.4.2.3 酚酞指示液:10 g/L。

A.4.3 分析步骤

称取约 2 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 100 mL 水溶解试样,加入 40 mL 甲醛溶液,混匀,放置 30 min,加入 2 滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至粉红色,并保持 5 min 不褪色。

同时做空白试验,除不加试样外,其他加入的试剂量与试样溶液的完全相同,并与试样同时同样处理。

A.4.4 结果计算

硫酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$ 含量的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{c(V - V_0)M/1\,000}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(\text{A.1})$$

式中:

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定试样溶液所消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试样溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g);

M ——硫酸铵 $[1/2(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$ 摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=66.07$);

1 000——换算因子。

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 0.3%。

A.5 灼烧残渣的测定

A.5.1 试剂和材料

硫酸溶液:1+33。

A.5.2 仪器和设备

A.5.2.1 瓷坩埚:50 mL。

A.5.2.2 高温炉:温度可控制在 $800 \text{ }^\circ\text{C} \pm 25 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

A.5.3 分析步骤

称取约 1 g 试样,精确至 0.000 2 g。置于预先于 $800 \text{ }^\circ\text{C} \pm 25 \text{ }^\circ\text{C}$ 灼烧至质量恒定的瓷坩埚中,滴加硫酸溶液使试样润湿,于电炉上慢慢加热,直到所有试样挥发,冷却。加入 0.1 mL 硫酸溶液润湿残渣,继续加热至硫酸蒸气逸尽。置于 $800 \text{ }^\circ\text{C} \pm 25 \text{ }^\circ\text{C}$ 高温炉中灼烧至质量恒定。

食品安全国家标准

食品添加剂 硫酸铵

1 范围

本标准适用于以硫酸和碳酸氢铵或氨水为原料经中和反应制得食品添加剂硫酸铵。

2 化学名称、分子式和相对分子质量

2.1 化学名称

硫酸铵

2.2 分子式

$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$

2.3 相对分子质量

132.14(按 2007 年国际相对原子质量)

3 技术要求

3.1 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
色泽	无色或白色	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	晶体或小颗粒	

3.2 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
硫酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4]$ 含量, $w/\%$	99.0~100.5	附录 A 中 A.4
灼烧残渣, $w/\%$	≤ 0.25	附录 A 中 A.5
硒(Se)/(mg/kg)	≤ 30	附录 A 中 A.6