

中华人民共和国国家标准

GB 29204—2012

食品安全国家标准 食品添加剂 硅胶

2012-12-25 发布 2013-01-25 实施

食品安全国家标准 食品添加剂 硅胶

1 范围

本标准适用于由硅酸钠溶液与酸反应生产的食品添加剂硅胶。

2 分子式和相对分子质量

2.1 分子式

 SiO_2

2.2 相对分子质量

60.08 (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	白色	取适量试样置于50 mL烧杯中,在自然
状态	粉末或颗粒	光下观察色泽和状态

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
二氧化硅(SiO ₂)含量(灼烧后),w/%	\geqslant	94.0	附录 A 中 A.4
灼烧减量,w/%	\leq	70.0	附录 A 中 A.5
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	\leq	30	GB/T 5009.74
砷(As)/(mg/kg)	\leq	3.0	GB/T 5009.76
水溶物,w/%	\leq	5.0	附录 A 中 A.6

附录 A

检验方法

A. 1 警示

本方法中的部分试剂具有毒性、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、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 试剂和材料
- A. 3. 1. 1 无水碳酸钾。
- A. 3. 1. 2 氨水。
- A. 3. 1. 3 氨水溶液: 1+1。
- A. 3. 1. 4 硝酸溶液: 4+5。
- A. 3. 1. 5 磷酸氢二钠溶液: 称取 12 g 磷酸氢二钠 (Na₂HPO₄ 7H₂O),溶于 100 mL 水中。
- A. 3. 1. 6 钼酸铵溶液: 称取 6.5 g 钼酸铵,溶于 30 mL 氨水溶液中,冷却,搅拌下缓慢加入到 70 mL 硝酸溶液中,放置 48 h。抽滤,滤液保存于暗处。该溶液久置会变质失效,向 5 mL 该溶液中加入 2 mL 磷酸氢二钠溶液后,不立刻产生大量黄色沉淀时,即表明该溶液失效。
- A. 3. 1. 7 邻联甲苯胺的冰乙酸饱和溶液。

A. 3. 2 鉴别方法

- A. 3. 2. 1 称取约 5 g 试样于铂坩埚中,加入 200 mg 无水碳酸钾混合,在红热的电炉上灼烧约 10 min,冷却,加 2 mL 水溶解,必要时加热,然后缓慢加入 2 mL 钼酸铵溶液,有深黄色产生。
- A. 3. 2. 2 在滤纸上滴加 1 滴 A.3.2.1 中产生的黄色硅钼酸盐溶液,水浴蒸干溶剂,然后加 1 滴邻联甲苯胺的冰乙酸饱和溶液,将试纸放在氨水上,应有蓝绿色斑出现。

A. 4 二氧化硅(SiO₂)含量的测定

A. 4.1 方法提要

试样经950 ℃±50 ℃灼烧1 h后,用过量氢氟酸加热分解二氧化硅,反应生成的氟硅酸逸出。灼烧后称量,损失的质量即为二氧化硅含量。

- A. 4. 2 试剂和材料
- A. 4. 2. 1 氢氟酸。
- A. 4. 2. 2 硫酸。
- A. 4. 2. 3 乙醇。
- A. 4. 3 仪器和设备
- A. 4. 3. 1 铂坩埚: 30 mL。
- A. 4. 3. 2 高温炉: 可控温 950 ℃±50 ℃。

A. 4. 4 分析步骤

称取约 1 g 灼烧后的试样 A(A.5.2),置于已于 950 ℃±50 ℃灼烧至质量恒定的铂坩埚中,用 2 mL 乙醇润湿,加入 5~6 滴硫酸,加入 10 mL 氢氟酸淹没试样。置于电炉上蒸发至刚出现大量白色烟雾后,冷却,再加入 5 mL 氢氟酸,小心转动坩埚以冲洗内壁,再蒸发至干。于 950 ℃±50 ℃灼烧至质量恒定。

A. 4. 5 结果计算

二氧化硅 (SiO_2) 含量的质量分数 w_1 , 按公式 (A.1) 计算:

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\%$$
 (A.1)

式中:

 m_1 ——试样 A 和铂坩埚的质量的数值,单位为克 (g);

 m_2 ——残渣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)。

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. 5 灼烧减量的测定

A. 5. 1 仪器和设备

A. 5. 1. 1 电热恒温干燥箱: 可控温度 105 ℃±2 ℃。

A. 5. 1. 2 高温炉: 可控温度 950 ℃±50 ℃。

A. 5. 1. 3 铂坩埚: 30 mL。

A. 5. 2 分析步骤

称取 3 g~5 g 预先于 105 ℃±2 ℃下干燥 2 h 的试样,精确至 0.000 2 g,置于已于 950 ℃±50 ℃下灼烧至质量恒定的铂坩埚中,于 950 ℃±50 ℃灼烧 30 min。取出,于干燥器中冷却,称量。保留此灼烧过的试样为试样 A,供 A.4 测定二氧化硅含量时使用。

A. 5. 3 结果计算

灼烧减量的质量分数 w2, 按公式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\% \quad \dots \tag{A.2}$$

式中:

 m_1 ——试样和铂坩埚灼烧前的质量的数值,单位为克 (g);

 m_2 ——试样和铂坩埚灼烧后的质量的数值,单位为克 (g);

 m_0 ——铂坩埚的质量的数值,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0.2%。

A.6 水溶物的测定

A. 6.1 仪器和设备

A. 6. 1. 1 电导率仪。

A. 6. 1. 2 玻璃砂芯漏斗:滤板孔径5 μm~15 μm, 容积100 mL。

A. 6. 2 分析步骤

称取 5.00 g±0.01 g 于 105 ℃±2 ℃干燥 2 h 的试样,置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水,搅拌 15 min。

静置,待不溶物沉淀下来后,用玻璃砂芯漏斗进行抽滤,将滤液转入 250 mL 容量瓶中。用热水洗涤不溶物 3次,每次约 20 mL 水,最后用约 20 mL 热水洗涤漏斗和抽滤瓶,将滤液冷却至室温,洗液合并于滤液转入容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用电导率仪测定试验溶液的比电阻,试验溶液比电阻不应小于相应的参比溶液的比电阻。参比溶液为每 250 mL 水中含 250 mg 无水硫酸钠。

4