

前 言

本标准的主要技术指标和试验方法均非等效采用了美国食品化学法典 FCC-Ⅱ(1981年)和日本食品添加物公定书第六版(1993年)中的硅藻土部分。

铅和砷的指标及其试验方法按 GB 14936《硅藻土卫生标准》执行。

“铁”和“筛分粒度”两项试验方法,考虑到用户的需要,特列入附录 A 和附录 B 中,作为标准的附录和提示的附录。

本标准由中国轻工总会食品造纸部提出。

本标准由全国食品发酵标准化中心技术归口。

本标准由吉林省临江市硅藻土总公司、吉林大学、吉林省临江市华丽硅藻土助滤剂有限公司、吉林省长白县硅藻土总公司、甘肃省轻工业科学研究所、吉林省梅河口市银河助滤剂股份有限公司、辽宁省抚顺市双星精细化工厂负责起草。

本标准主要起草人:千载虎、滕殿杰、姚以俭、王中孚、具俊杰、邹立国、王玉华。

食品工业用助滤剂 硅藻土

1 范围

本标准规定了食品工业用助滤剂硅藻土的分类与型号、技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存要求。

本标准适用于以硅藻土为主要原料,经加工精制而成的食品工业用助滤剂。

2 引用标准

下列标准包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 191—1990 包装储运图示标志

GB 6682—1986 实验室用水规格

GB 14936—1994 硅藻土卫生标准

3 定义

本标准采用下列定义。

松散堆密度:指在特定条件下,单位体积内松散助滤剂的质量。

4 分类与型号

4.1 分类

4.1.1 干燥品

把原料精选后,经自然干燥、粉碎、风选分级制得的产品为干燥品。

4.1.2 焙烧品

把原料精选后,经 800~1200℃焙烧、粉碎、风选分级制得的产品为焙烧品。

4.1.3 助熔焙烧品

把原料精选后加入少量的助熔剂,经 800~1200℃焙烧、粉碎、风选分级制得的产品为助熔焙烧品。

4.2 型号

以上三类又按其渗透率分为各种型号助滤剂,见表 1。

表 1

darcy

型 号	100 [#]	500 [#]	600 [#]	700 [#]	1000 [#]	1200 [#]
渗透率	0.05~0.25	0.26~0.60	0.61~1.0	1.1~3.0	3.1~6.0	6.1~10.0

5 技术要求

5.1 理化要求,见表 2。

表 2

项 目	种 类	干 燥 品	焙 烧 品	助熔焙烧品
		灰白色~淡黄色	淡黄色~红褐色	白色~粉白色
外 观		粉 末 具有特殊孔结构的硅骨架		
水溶物, %	≤	0.3	0.2	0.5
pH		5.5~7.5	5.5~9.0	7.0~10
酸溶物, %	≤	3.0		
灼烧失重, %	≤	7.0	2.0	
氢氟酸残留物, %	≤	25		
真密度, g/cm ³		2.10~2.30		
松散堆密度, g/cm ³		0.10~0.19	0.10~0.20	0.20~0.35
渗透率		应符合助滤剂型号要求		
铁(以 Fe ₂ O ₃ 计), %	≤	2.5		

5.2 卫生要求

按 GB 14936 执行, 见表 3。

表 3

项 目	种 类	干 燥 品	焙 烧 品	助熔焙烧品
		铅(以 Pb 计), mg/kg	≤	4.0
砷(以 As 计), mg/kg	≤	5.0		

6 试验方法

本方法中所用水, 在未注明其他要求时, 均指符合 GB 6682 中二级以上的水, 本方法中所用试剂, 除注明特殊要求外, 均系分析纯。

6.1 外观

取试样约 1g, 倒在白色滤纸上, 用肉眼观察其颜色, 作好记录。

将少许粉末试样, 置于 200 倍以上的显微镜下观察, 应为具有特殊孔结构的硅骨架。

6.2 水溶物

6.2.1 仪器

- 量筒: 100mL;
- 恒温水浴: 精度 ±3℃;
- 蒸发皿: 150mL;
- 三角漏斗;
- 定量分析滤纸;
- 干燥器: 以硅胶作干燥剂;
- 分析天平: 感量 0.1mg;
- 电热干燥箱: 105℃ ±2℃。

6.2.2 分析步骤

称取于 $105\text{C} \pm 2\text{C}$ 干燥 2h 的试样 10g (称准至 0.2mg), 放入 200mL 烧杯中, 加 100mL 水, 置于沸水浴中加热 2h, 同时补充被蒸发掉的水, 冷却后用定量分析滤纸进行过滤, 将滤纸上的残留物用水分数次洗涤, 收集滤液和洗液, 补加水至 100mL, 摇匀, 备用。取滤液 50mL 于已知恒重的蒸发皿中, 蒸发干固, 然后放入电热干燥箱中, 于 $105\text{C} \pm 2\text{C}$ 下烘干 2h, 取出, 放入干燥器中冷却 30min, 称量。剩下的溶液收集于 50mL 小烧杯中用于测定 pH 值。

6.2.3 计算

$$X_1 = \frac{2(m_2 - m_1)}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中: X_1 ——样品的水溶物, %;

m ——试样的质量, g;

m_1 ——蒸发皿的质量, g;

m_2 ——蒸发皿和残留物的质量, g。

6.2.4 结果的允许差

平行试验测定值之差不得超过 0.01%。

6.3 pH 值

6.3.1 仪器和试剂

—— pH 计: $\pm 0.04\text{pH}$, 附玻璃电极和甘汞电极;

——小烧杯: 50mL;

——标准缓冲溶液: $\text{pH}=4.00$ 和 $\text{pH}=9.22$ 。

6.3.2 分析步骤

6.3.2.1 按照 pH 计说明书所述操作, 用标准缓冲溶液校正仪器。

6.3.2.2 用水冲洗电极 6~8 次, 将电极插入试样 (6.2.2) 剩余溶液杯中, 开启搅拌, 待稳定后读 pH 值, 取两次测定的平均值。

6.3.3 结果的允许差

两次测定值之差不得超过 0.1pH。

6.4 酸溶物

6.4.1 仪器和试剂

——烧杯: 200mL;

——恒温水浴: 精度 $\pm 3\text{C}$;

——布氏漏斗;

——吸滤瓶;

——真空泵;

——容量瓶: 100mL;

——瓷坩埚: 50mL;

——分析天平; 感量 0.1mg;

——电热干燥箱: $105\text{C} \pm 2\text{C}$;

——电热高温炉: $550\text{C} \pm 25\text{C}$;

——盐酸溶液 [$c(\text{HCl})=2\text{mol/L}$]; 按 GB 601 配制;

——硫酸溶液 [$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=1\text{mol/L}$]; 按 GB 601 配制。

6.4.2 分析步骤

称取于 $105\text{C} \pm 2\text{C}$ 干燥 2h 的试样 5g (称准至 0.2mg), 放入 200mL 烧杯中, 加 2mol/L 盐酸溶液 100mL, 在沸水浴上不断摇动加热 1h, 冷却后过滤。将滤纸上的残留物用少量 2mol/L 盐酸洗, 把滤液倒

入 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。从中吸取 10mL 放入已恒重的瓷坩埚中,加入 1mol/L 硫酸溶液 1mL,蒸发干固,再把它加热到 550℃,直至恒重,称量。

6.4.3 计算

$$X_2 = \frac{10(m_2 - m_1)}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中: X_2 ——样品的酸溶物, %;

m ——试样的质量, g;

m_1 ——瓷坩埚的质量, g;

m_2 ——瓷坩埚和残留物的质量, g。

6.4.4 结果的允许差

平行试验测定值之差不应超过 0.04%。

6.5 灼烧失重

6.5.1 仪器

——瓷坩埚;

——电热高温炉: 550℃ ± 25℃;

——恒温干燥箱: 灵敏度 ± 2℃;

——分析天平: 感量 0.1mg。

6.5.2 分板步骤

称取于 105℃ ± 2℃ 干燥 2h 的试样 1~2g (称准至 0.2mg), 放入已恒重的瓷坩埚中, 置于 550 ± 25℃ 电热高温炉中加热, 直至恒重 (前后两次称量之差不超过 0.5mg)。

6.5.3 计算

$$X_3 = \frac{m_2 - m_1}{m_2} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中: X_3 ——样品的灼烧失重, %;

m_2 ——试样的质量, g;

m_1 ——灼烧后试样的质量, g。

6.5.4 结果的允许差

平行试验测定值之差不应超过 0.02%。

6.6 氢氟酸残留物

6.6.1 仪器与试剂

——铂坩埚;

——分析天平: 感量 0.1mg;

——高温表和热电偶;

——砂浴;

——温度计;

——电热干燥箱: 105℃ ± 2℃;

——氢氟酸;

——硫酸。

6.6.2 分析步骤

称取于 105℃ ± 2℃ 干燥 2h 的试样 0.2g (称准至 0.2mg), 放入已恒重的铂坩埚中, 加氢氟酸 5mL 和 1~2 滴硫酸, 于水浴上加热蒸干, 冷却后, 再加入 5mL 氢氟酸, 在砂浴上慢速蒸干 (550℃ 加热 1h), 慢慢升温至 1000~1200℃, 维持 30min, 取下, 冷却至约 100℃ 左右放入干燥器中, 30min 后称量。

6.6.3 计算

$$X_4 = \frac{m_1}{m_2} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中： X_4 ——样品的氢氟酸残留物，%；
 m_2 ——试样的质量，g；
 m_1 ——用氢氟酸处理后残留物的质量，g。

6.6.4 结果的允许差

平行试验测定值之差不应超过 0.05%。

6.7 真密度

6.7.1 仪器与设备

- 密度瓶；
- 分析天平：感量 0.1mg；
- 重蒸蒸馏水；
- 电热干燥箱：105℃±2℃；
- 真空系统。

6.7.2 分析步骤

称取于 105℃±2℃干燥 2h 的试样 0.5g(称准至 0.2mg)，放入已知体积和质量的密度瓶中，然后放进如图 1 真空干燥器中，打开活塞 B 抽真空(注意粉末飞出)，关闭活塞 B 之后，轻轻打开活塞 A，重蒸蒸馏水自动进入密度瓶中，取出密度瓶，盖好盖子，放在 30℃恒温水浴中，恒温 10min，然后再称重。

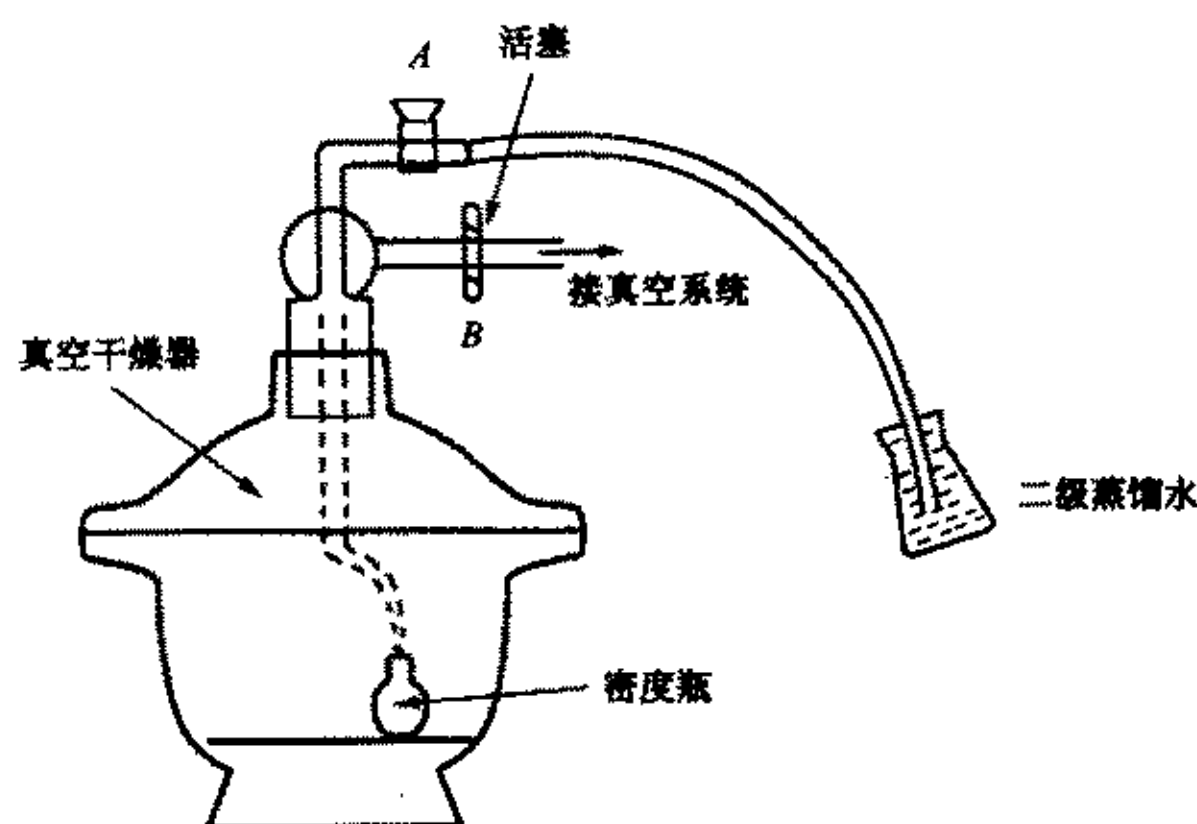


图 1 测定真密度装置

6.7.3 计算

$$X_5 = \frac{m_2 - m_1}{V_2 - V_1} \dots\dots\dots (5)$$

$$V_1 = \frac{m_3 - m_2}{\rho_{\text{水}}} \dots\dots\dots (6)$$

式中： X_5 ——样品的真密度，g/cm³；
 m_2 ——密度瓶加试样的质量，g；
 m_1 ——密度瓶的质量，g；
 m_3 ——密度瓶加试样再加水的质量，g；
 V_1 ——加试样之后再加水的体积，cm³；
 V_2 ——密度瓶的体积，cm³；
 $\rho_{\text{水}}$ ——在一定温度下纯水的密度，g/cm³。

6.7.4 结果的允许差

平行试验测定值之差不应超过 0.01g/cm³。

6.8 松散堆密度

6.8.1 仪器

- 量筒:100mL;
- 扭力天平:感量 0.01g。

6.8.2 分析步骤

向已知质量的 100mL 干燥量筒中,沿量筒口中心连续不断地均匀地倒入于 105±2℃干燥 2h 的试样 80mL,然后从 1.3cm 高处落三次,称其总质量,并测量试样的体积。

6.8.3 计算

$$X_6 = \frac{m_2 - m_1}{80} \dots\dots\dots (7)$$

式中: X_6 ——样品的松散堆密度, g/cm³;

m_2 ——量筒加试样的质量, g;

m_1 ——量筒的质量, g;

80——量筒中试样的体积, cm³。

6.8.4 结果的允许差

平行试验测定值之差不应超过 0.02g/cm³。

6.9 渗透率

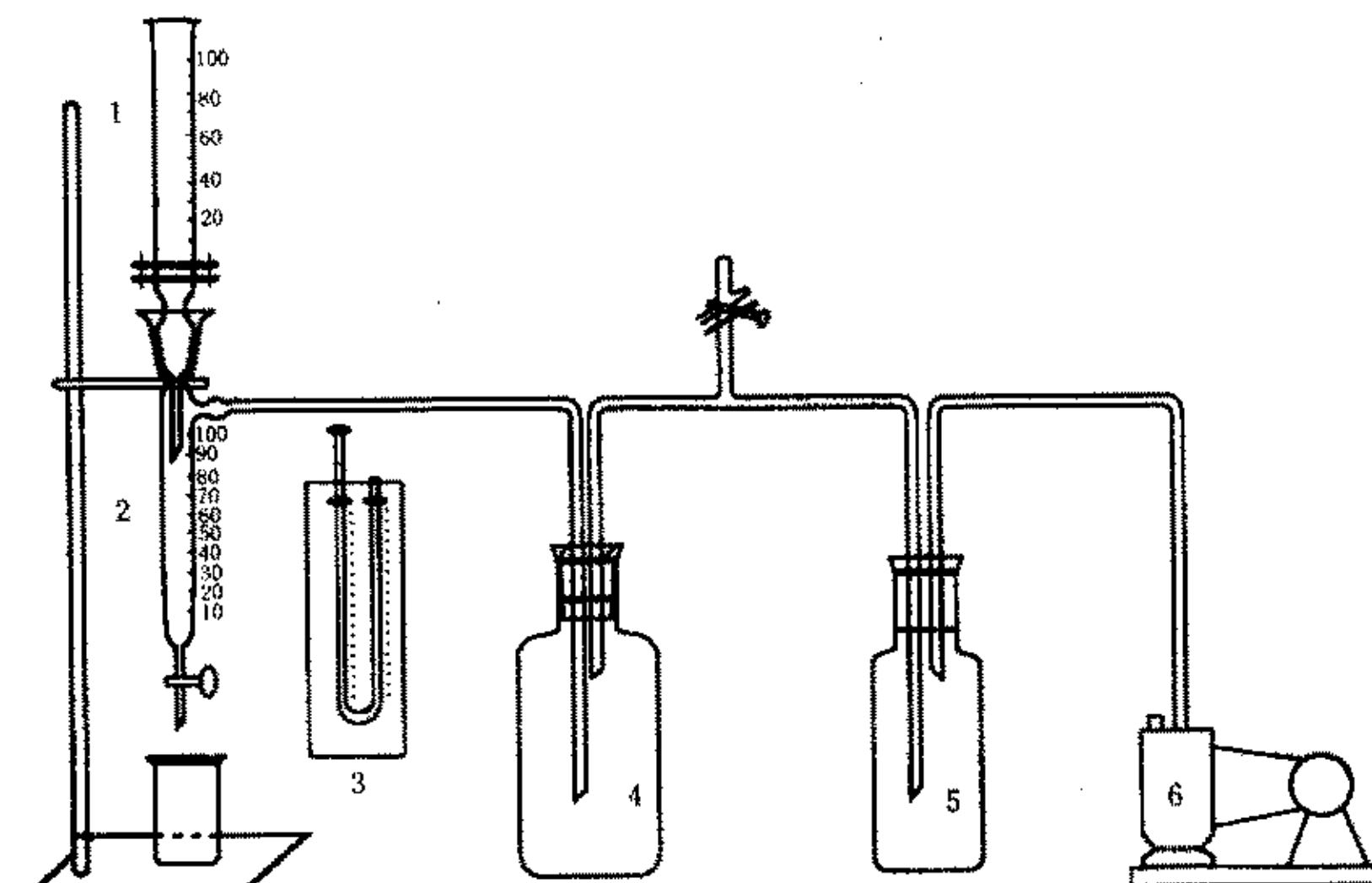
6.9.1 仪器

- 渗透率测试装置一套,如图 2 所示;
- 扭力天平:感量 0.01g;
- 秒表。

6.9.2 分析步骤

称取于 105℃±2℃干燥 2h 的试样 5g(称准至 0.01g),放入 100mL 烧杯中,加入 50mL 蒸馏水,搅拌均匀,倒入 1 号测试管内,并用蒸馏水将烧杯冲洗干净,把冲洗物全部倒入 1 号测试管内。开启真空泵,真空度控制在 7350±98Pa。等到滤饼形成后,再加入 50~60mL 蒸馏水,并同时用秒表计时。

准确记录过滤 40mL 蒸馏水所用的时间,随后马上测量滤饼厚度。



1—1号测试管;2—2号测试管;3—U型玻璃压力表;
4—稳压瓶;5—缓冲瓶;6—真空泵

图 2 渗透率测试装置

6.9.3 计算

$$X_7 = \frac{\eta \times L \times \frac{Q}{t}}{P \times A} \dots\dots\dots (8)$$

式中：X₇——样品的渗透率,darcy(当滤饼厚度为1cm,过滤层的压力降为1Pa,粘度为1厘泊,流量为1cm³,过滤面积为1cm²时的渗透率为1darcy,1darcy=9.87×10⁻¹³m²);

- L——滤饼的厚度,cm;
- Q——滤量,40mL;
- A——过滤面积,3.14cm²;
- P——真空度,Pa;
- t——过滤40mL蒸馏水所用的时间,s;
- η——粘度系数,查表4。

表4 水的温度与粘度系数的关系

温度℃	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	1.794	1.732	1.674	1.619	1.568	1.519	1.473	1.429	1.387	1.348
10	1.310	1.274	1.239	1.206	1.175	1.145	1.116	1.088	1.060	1.034
20	1.009	0.984	0.960	0.938	0.916	0.894	0.874	0.855	0.836	0.816
30	0.800	0.783	0.767	0.751	0.735	0.720	0.706	0.692	0.679	0.666

6.10 铅

按 GB 14936 进行检验。

6.11 砷

按 GB 14936 进行检验。

7 检验规则

7.1 组批

同原料、同工艺所生产的,同一厂名、产品名称、规格、商标,同一包装线、同一批号,具有同一质量合格证的产品为一批。

7.2 不合格项目分类

- A类不合格项目 铅、砷、水溶物、酸溶物、氢氟酸残留物、灼烧失重、真密度、松散堆密度、渗透率。
- B类不合格项目 pH、铁、外观、包装、净重。

7.3 抽样

表5

批 量(袋)	抽取样本数(袋)
1~25	2
26~150	3
151~3500	5

按表5抽取样本,首先检查包装和净重是否符合要求。然后再从每个样本中均匀抽取500g,将所抽

取的样品充分混匀,以对角四分法分为两份,分别装入两个干燥洁净的玻璃瓶中,瓶上注明产品名称、生产厂名、批号、取样日期。一份留存备查,另一份按本标准规定进行各项检测。

7.4 出厂检验(交收检验)

7.4.1 产品出厂前,应由生产厂的质检部门负责按本标准规定逐批进行检验。符合标准要求,并签署质量合格证的产品方可出厂。

7.4.2 出厂检验项目包括:包装、净重、外观、松散堆密度、渗透率。

7.5 型式检验(例行检验)

7.5.1 一般情况下,企业一个月进行一次型式检验,但有下列情况之一时,亦须进行型式检验。

- a. 更改主要原辅材料及配料;
- b. 更改关键工艺;
- c. 新试制的产品或正常生产的产品停产3个月以上重新恢复生产时;
- d. 国家质量监督机构提出要求进行型式检验。

7.5.2 型式检验项目:除出厂检验项目外,还有铅、砷、水溶物、酸溶物、pH、氢氟酸残留物、灼烧失重、真密度、铁。

7.5.3 判定规则

7.5.3.1 当检验结果中,有一项A类不合格项目达不到本标准要求时,则判整批产品为不合格品。

7.5.3.2 当检验结果中,有B类不合格项目达不到本标准要求时,应重新自两倍量的包装中抽取样本,进行复验,以复验结果为准。复验结果中,有两项(含两项)以上B类不合格项目达不到本标准要求时,则判整批产品为不合格品。

8 标志、包装、运输、贮存

8.1 标志

8.1.1 包装袋上应注明:产品名称、生产厂名、厂址、商标、规格、生产日期(批号)、净重、毛重、执行标准编号,并标有“防潮”、“小心轻放”等字样。

8.1.2 储运图示的标志必须符合GB 191的有关规定。

8.2 包装

8.2.1 包装材料必须符合《中华人民共和国食品卫生法》的有关规定。

8.2.2 内包装采用无毒聚乙烯袋,外包装用无毒聚丙烯编织袋,或者用五层无毒牛皮纸袋包装,封口之前必须排气。重量允许公差为±1%。

8.3 运输

8.3.1 产品在运输过程中要防止雨、雪、日晒、高温、受潮、重压和人为损坏。

8.3.2 产品不得与有毒、有害、有异味、有腐蚀性物品及其他污染物混装、混运。

8.3.3 装卸过程中,严禁抛掷和用铁钩提拉。

8.4 贮存

8.4.1 贮存时,必须堆放在清洁干燥处。

8.4.2 贮存过程应防止鼠咬,不得与有毒、有害、异臭物质一起贮存。

附 录 A
(标准的附录)
铁含量的试验方法

A1 仪器

- A1.1 分光光度计;
- A1.2 电热高温炉:600~700℃;
- A1.3 低温电热板;
- A1.4 铂坩埚;
- A1.5 容量瓶:100mL、250mL;
- A1.6 烧杯:300mL;
- A1.7 分析天平:感量 0.1mg。

A2 试剂

- A2.1 硫酸:(1+1)溶液;
- A2.2 盐酸:(1+1)溶液;
- A2.3 氨水:(1+1)溶液;
- A2.4 氢氟酸;
- A2.5 焦硫酸钾;
- A2.6 磺基水杨酸钠溶液:100g/L;
- A2.7 铁标准溶液(1mL 溶液含有 0.1mgFe):按 GB 602 配制。

A3 分析步骤

A3.1 样液制备

称取于 105℃±2℃干燥 2h 的试样 0.5g(称准至 0.1mg)于铂坩埚中,用水润湿,加入 4~5 滴(1+1)硫酸和 5mL 氢氟酸,在通风橱里将铂坩埚置于低温电热板上蒸发至冒白烟。重复处理一次,逐渐升温至白烟驱尽,冷却。加入 3.5~4g 焦硫酸钾,在电炉上熔化,然后移入 600~700℃电热高温炉中熔融 30min 至熔体呈透明状态,冷却。加入 2~3mL(1+1)盐酸,用 150mL 热水(70~80℃)分数次浸出熔块于 300mL 烧杯中,然后转移至 250mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

A3.2 绘制标准曲线

准确吸取铁标准溶液 0,0.5,1.0,2.0,3.0,4.0,5.0,6.0,7.0mL,分别置于 100mL 容量瓶中,用水稀释至约 50mL,加入 100g/L 磺基水杨酸钠溶液 5mL,用(1+1)氨水溶液滴加至溶液由红色变为黄色,过量 2mL,再用水稀释至刻度,摇匀。使用分光光度计,选用 1cm 比色皿,在波长 440nm 下,测铁标准系列溶液的吸光度。

以铁标准系列溶液的浓度对其吸光度绘制标准曲线。

A3.3 样品测定

吸取样液 25mL(视铁含量而定),按 A2.3.2 步骤测其吸光度,同时作试剂空白。根据样液和试剂空白的吸光度,分别从标准曲线上查出铁含量(或用回归方程计算)。

A4 计算

$$X_s = \frac{(c_1 - c_2)}{m \times V_2 / V_1 \times 1000} \times 100$$

式中： X_s ——铁含量(以 Fe_2O_3 计)，%；
 c_1 ——测定时样液中的铁含量， μg ；
 c_2 ——测定时试剂空白中的铁含量， μg ；
 m ——试样的质量， g ；
 V_1 ——制备样液的总体积， mL ；
 V_2 ——测定用样液的体积， mL 。

附 录 B
 (提示的附录)
筛分粒度的试验方法

B1 仪器法

B1.1 原理

采用光透法进行自然重力沉降和离心沉降测试。

B1.2 仪器

掘场 CAPA-300 型自动粒度分布测试装置。

B1.3 分析步骤

按仪器说明书进行测定。

B2 手工法

B2.1 仪器

B2.1.1 标准筛：SSW0.250/0.160(相当于 62 目)、SSW0.100/0.071(相当于 148 目)、SSW0.045/0.032(相当于 330 目)。

B2.1.2 天平：感量 0.1g。

B2.1.3 恒温干燥箱：灵敏度 $\pm 2^\circ\text{C}$ 。

B2.1.4 淋浴喷头。

B2.2 分析步骤

称取三份 10g 试样(称准至 0.1g)，分别放入标准筛(SSW0.250/0.160、SSW0.100/0.071、SSW0.045/0.032)中，然后分别用淋浴喷头水冲，冲至筛下水清为止。将筛上物连同筛子一起放在恒温干燥箱中，于 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥 2h。取出，立即将筛上物全部刮入已知重量的称量瓶中，放入干燥器中，冷却至室温后，称量。

B2.3 计算

$$S = \frac{m_1}{m_2} \times 100$$

式中： S ——一定尺寸的标准筛上物的百分含量，%；

m_1 ——测定后一定尺寸的标准筛上物的质量， g ；

m_2 ——试样的质量， g 。