



中华人民共和国国家标准

GB 29205—2012

食品安全国家标准
食品添加剂 硫酸

2012-12-25 发布

2013-01-25 实施

中华人民共和国卫生部 发布

食品安全国家标准

食品添加剂 硫酸

1 范围

本标准适用于接触法硫酸精制后生产的食品添加剂硫酸。

2 分子式和相对分子质量

2.1 分子式



2.2 相对分子质量

98.08（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	白色或浅褐色	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	清亮、油状液体	

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
		92酸	98酸	
硫酸(H ₂ SO ₄)含量, w/%	≥	92.5	98.0	附录 A 中 A.4
硝酸盐(以 NO ₃ 计), w/%	≤	0.001		附录 A 中 A.5
还原性物质		通过试验		附录 A 中 A.6
氯化物(以 Cl 计), w/%	≤	0.005		附录 A 中 A.7
铁(Fe), w/%	≤	0.020		附录 A 中 A.8
硒(Se) / (mg/kg)	≤	20		GB 5009.93
铅(Pb) / (mg/kg)	≤	5		GB 5009.12
砷(As) / (mg/kg)	≤	3		GB/T 5009.76

附录 A

检验方法

A.1 警示

本标准的试样具有强腐蚀性，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 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 氯化钡溶液：100 g/L。

A.3.1.2 盐酸溶液：1+1。

A.3.1.3 乙酸铅溶液：80 g/L。

A.3.1.4 乙酸铵溶液：100 g/L。

A.3.2 鉴别方法

A.3.2.1 取约1 g试样，溶于20 mL水，加入氯化钡溶液，即产生白色沉淀，此白色沉淀不溶于盐酸溶液。

A.3.2.2 取约1 g试样，溶于20 mL水，加入乙酸铅溶液，即产生白色沉淀，此白色沉淀溶于乙酸铵溶液。

A.3.2.3 取约1 g试样，溶于20 mL水，加入盐酸不产生沉淀。

A.4 硫酸（H₂SO₄）含量的测定

A.4.1 方法提要

用氢氧化钠标准滴定溶液滴定试样溶液，根据氢氧化钠标准滴定溶液的消耗量，确定硫酸的含量。

A.4.2 试剂

A.4.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$ 。

A.4.2.2 甲基红指示液：1 g/L。

A.4.3 分析步骤

移取约 1 mL 试样，置于已知质量的具塞小锥形瓶中，准确称其质量，精确至 0.000 2 g，小心加入 30 mL 水，冷却后滴入 2 滴甲基橙指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至黄色。

同时作空白试验。空白试验除不加试样外，其他操作及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 (H₂SO₄) 含量的质量分数 w_1 , 按式 (A.1) 计算:

$$w_1 = \frac{[(V - V_0)/1000]cM}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

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

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

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);

m ——试样的质量的数值, 单位为克 (g);

1000——换算因子;

M ——硫酸 (1/2 H₂SO₄) 摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=49.04$)。

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 硝酸盐 (以NO₃计) 的测定

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 硫酸。

A.5.1.2 硝酸盐 (NO₃) 标准溶液: 0.100 mg/mL。

称取8.022 g已于105℃±2℃干燥1 h的硝酸钾, 置于500 mL容量瓶中, 用水溶解并稀释至刻度, 摇匀。移取5 mL该溶液, 将滴管插入400 mL硫酸液面以下, 缓慢滴入, 冷却至室温。转移至500 mL容量瓶, 用硫酸稀释至刻度。

A.5.1.3 硫酸亚铁 (FeSO₄·7H₂O) 溶液: 100 g/L, 即配即用。

A.5.2 分析步骤

分别于两支 (A、B) 100 mL比色管中移入50 mL硫酸, 缓慢加入5 mL硫酸亚铁溶液, 用玻璃棒搅拌均匀, 用冰浴冷却至10℃~15℃。A比色管中加入10 mL试样, 冷却至室温, 用硫酸稀释至100 mL刻度。B比色管中边滴加0.1 mL硝酸盐标准溶液边混匀, 用硫酸稀释至刻度。在白色发光背景下自上而下的观察A比色管中溶液的颜色与B比色管所呈颜色。A比色管所呈颜色不应深于B比色管所呈颜色。

A.6 还原性物质的测定

称量8.00 g±0.01 g试样, 置于100 mL烧杯中, 用50 mL冰水稀释, 冷却, 滴加0.10 mL高锰酸钾溶液 [$c(1/5\text{KMnO}_4)=0.1\text{mol/L}$], 溶液所呈粉红色能保持5 min。

A.7 氯化物 (以Cl计) 的测定

A.7.1 试剂和材料

A.7.1.1 95%乙醇。

A.7.1.2 硝酸溶液: 1+2。

A.7.1.3 硝酸银溶液: 17 g/L。

A.7.1.4 氯化物 (Cl) 标准溶液: 0.010 mg/mL。

A.7.2 分析步骤

称取 1.00 g±0.01 g 试样, 置于 50 mL 烧杯中, 加入适量的水使之溶解, 全部转移至 100 mL 容量瓶

中，用水稀释至刻度，摇匀。用移液管移取 10 mL 上述试样溶液，置于 50 mL 比色管中，加入 4 mL 硝酸溶液和 2 mL 硝酸银溶液，用水稀释至刻度，轻轻摇匀。静置 10 min 后，于黑背景下自上而下的观察与标准比浊溶液比对，所产生的浊度不应深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是移取 5.00 mL 氯化物标准溶液，与试样同时同样处理。

A.8 铁 (Fe) 的测定

A.8.1 试剂和材料

A.8.1.1 盐酸溶液：1+3。

A.8.1.2 其他试剂和材料同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

A.8.2 仪器和设备

分光光度计：配有 4 cm 比色皿。

A.8.3 分析步骤

A.8.3.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 中 6.3 的规定，使用 4 cm 比色皿，绘制铁含量为 10 μg~100 μg 工作曲线。

A.8.3.2 测定

称取约 0.5 g 试样，精确至 0.01 g，置于 150 mL 烧杯中，在砂浴或可控温电炉上加热近干。以下按 GB/T 3049—2006 中 6.4 规定从“必要时，加水至 60 mL……”开始进行操作。同时同样处理空白试样溶液。从工作曲线上查出相应的铁的质量。

A.8.4 结果计算

铁 (Fe) 的质量分数 w_2 ，按式 (A.2) 计算：

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0)/1000}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查出的试样溶液中铁的质量的数值，单位为毫克 (mg)；

m_0 ——从工作曲线上查出的空白试样溶液中铁的质量的数值，单位为毫克 (mg)；

m ——试样质量的数值，单位为克 (g)；

1000——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 0.000 5%。