

前 言

本标准等效采用美国《食品化学药典》第三版(FCCⅢ),技术指标优于 FCCⅢ,卫生指标达到 FCCⅢ要求,试验方法基本采用 FCCⅢ方法。

本标准与 FCCⅢ相比存在如下主要技术差异:

- 1 主含量指标均高于 FCCⅢ相应类别的规定。
- 2 Ⅲ类产品的干燥减量比 FCCⅢ更严格。
- 3 试验方法除砷、重金属、铅含量测定采用国际通用方法外,其它方法均与 FCCⅢ方法一致。
- 4 FCCⅢ中有不溶物一项指标,但无方法,本标准不控制。

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院和卫生部食品卫生监督检验所归口。

本标准起草单位:青岛海洋化工集团公司、化工部天津化工研究院。

本标准主要起草人:杨承荫、范国强、王宁华、胡熙美。

本标准委托化工部无机盐产品标准化技术归口单位负责解释。

食品添加剂 二氧化硅

1 范围

本标准规定了食品添加剂 二氧化硅的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于气相法和沉淀法生产的食品添加剂 二氧化硅。该产品主要用作食品抗粘结剂、增稠剂、稳定剂、香精和香料吸附干燥剂、澄清助滤剂等。

分子式： $\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。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/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

GB/T 8449—1987 食品添加剂中铅的测定方法

GB/T 8450—1987 食品添加剂中砷的测定方法

GB/T 8451—1987 食品添加剂中重金属限量试验方法

3 产品分类

食品添加剂 二氧化硅分为以下三类：

I类：气相二氧化硅；

II类：水合硅胶；

III类：沉淀二氧化硅、硅胶。

4 要求

4.1 外观：食品添加剂 二氧化硅为乳白色的均匀粉末。

4.2 食品添加剂 二氧化硅应符合表1要求。

表 1 要求

%

项 目		指 标		
		I类	II类	III类
二氧化硅含量(灼烧后)	≥	99.3	99.0	96.0
干燥减量	≤	2.5	7.0	5
灼烧减量	≤	2.0	8.5	8.5
重金属(以 Pb 计)含量	≤	0.003		
铅(Pb)含量	≤	0.001		
砷(As)含量	≤	0.000 3		
可溶性解离盐(以 Na ₂ SO ₄ 计)含量	≤	—	1	4

5 试验方法

本标准所用试剂和水,在没有注明其它要求时,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、杂质标准溶液、试剂及制品,在没有注明其它要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

5.1 鉴别试验

5.1.1 在铂坩埚中放入约 5 mg 样品,加 200 mg 无水碳酸钾混合。在红热中灼烧约 10 min。冷却,加 2 mL 新蒸馏水溶解。如有必要可加温。然后缓慢加入 2 mL 钼酸铵试液,有深黄色产生。

5.1.2 将 1 滴 5.1.1 溶解后的试样滴到滤纸上,蒸发此溶液,加入 1 滴邻联苯胺的冰乙酸饱和溶液,然后将纸放在浓氨水上,有绿色斑出现。

5.2 二氧化硅含量的测定

5.2.1 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,灼烧后称量。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 氢氟酸。

5.2.2.2 硫酸。

5.2.2.3 乙醇。

5.2.3 仪器设备

铂坩埚:50 mL。

5.2.4 分析步骤

称取约 1 g 试料 B(5.4.1)(精确至 0.000 2 g)。用 3~4 滴乙醇润湿试料,加入 2 滴硫酸,加入 10 mL 氢氟酸淹没试料,置于砂浴上蒸发至干,再加入 5 mL 氢氟酸,小心回荡坩埚以冲洗内壁,再蒸发至干。于 950℃±50℃灼烧至恒重。

5.2.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的二氧化硅含量 X_1 按式(1)计算:

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

式中: m_1 ——氢氟酸处理后残渣质量, g;

m ——试料质量, g。

5.2.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.5%。

5.3 干燥减量的测定

5.3.1 仪器、设备

称量瓶: $\phi 60 \text{ mm} \times 40 \text{ mm}$ 。

5.3.2 分析步骤

用预先于 105°C 下干燥至恒重的称量瓶称取 $1 \text{ g} \sim 2 \text{ g}$ 试样(精确至 0.0002 g)。在 105°C 下烘干 2 h 后取出,于干燥器中冷却后称量。保留此干燥过的试料为试料 A,供 5.4 测定灼烧减量用。

5.3.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的干燥减量 X_2 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: m_1 ——试料和称量瓶的干燥前的质量, g;

m_2 ——试料和称量瓶的干燥后的质量, g;

m_0 ——称量瓶质量, g。

5.3.4 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定的绝对差值不大于 0.2% 。

5.4 灼烧减量的测定

5.4.1 分析步骤

用预先于 $950^\circ\text{C} \pm 50^\circ\text{C}$ 下灼烧至恒重的瓷坩埚称取 $1 \text{ g} \sim 2 \text{ g}$ 试料 A(5.3.2)(精确至 0.0002 g)。置于 $950^\circ\text{C} \pm 50^\circ\text{C}$ 下灼烧 2 h 。取出,于干燥器中冷却、称量。保留此灼烧过的试料为试料 B,供 5.2 测定二氧化硅含量用。

5.4.2 分析结果的表述

以质量百分数表示的灼烧减量 X_3 按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: m_1 ——试料和瓷坩埚灼烧前的质量, g;

m_2 ——试料和瓷坩埚灼烧后的质量, g;

m_0 ——瓷坩埚质量, g。

5.4.3 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定的绝对差值不大于 0.2% 。

5.5 重金属含量的测定

5.5.1 试剂和材料

盐酸溶液: $1+20$ 。

5.5.2 试验溶液的制备

称取 3.3 g 试样,放入 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 盐酸溶液,盖上表面皿。缓慢加热至沸腾,微沸 15 min 后冷却,让未溶物沉淀下来,用中速滤纸将滤液过滤于 100 mL 容量瓶中,用热水洗涤不溶物 3 次,每次 10 mL 水,最后用 15 mL 热水洗涤滤纸,将滤液冷却至室温,用水稀释至刻度,此溶液为试验溶液 A 供 5.5.3、5.6 及 5.7 测定用。

5.5.3 测定

取 20 mL 试验溶液 A(5.5.2)、 2 mL 限量标准液(1 mL 溶液含有 $10 \mu\text{g Pb}$ 的铅标准溶液),按 GB 8451 第 6 章进行测定。

5.6 铅含量的测定

取 15 mL 试验溶液 A(5.5.2)、 0.5 mL 限量标准液(1 mL 溶液含有 $10 \mu\text{g Pb}$ 的铅标准溶液),按 GB 8449 第 5 章进行测定。

5.7 砷含量的测定

取 20 mL 试验溶液 A(5.5.2)、2 mL 限量标准液(1 mL 溶液含有 1.0 μg As 的砷标准溶液),按 GB 8450 的 2.4 进行测定。

5.8 可溶性解离盐的测定

5.8.1 试剂和材料

硫酸钠。

5.8.2 仪器、设备

5.8.2.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 5 μm ~15 μm 。

5.8.2.2 电导仪。

5.8.3 分析步骤

称取 5.0 g \pm 0.1 g 于 105 $^{\circ}\text{C}$ 干燥 2 h 的试样,置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水。搅拌 5 min,抽滤,用 100 mL 水分几次冲洗烧杯和玻璃砂坩埚。将滤液转移至 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用电导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对照溶液的比电阻。对 II 类产品,对照溶液为每 250 mL 水中含 50 mg 无水硫酸钠;对 III 类产品,对照溶液为每 250 mL 水中含 200 mg 无水硫酸钠。

6 检验规则

6.1 食品添加剂 二氧化硅应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准要求。每批出厂的产品都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标和“食品添加剂”字样、类别、净重、批号或生产日期、生产许可证号、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

6.2 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的产品进行验收。

6.3 每批产品不超过 500 kg。

6.4 按照 GB/T 6678 的 6.6 的规定确定采样单元数。采样时,从每个选取的包装件的中心处取出不少于 50 g 的样品,将所取样品混合均匀,用四分法缩分到约 200 g,立即装入两个清洁、干燥的广口瓶中密封,瓶上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、类别、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验,另一瓶保存三个月备查。

6.5 检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中采样进行核验。核验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 食品添加剂 二氧化硅包装袋上应有牢固、清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、“食品添加剂”字样、类别、净重、批号或生产日期、生产许可证号、本标准编号以及 GB 191 中的“怕湿”标志。

7.2 食品添加剂 二氧化硅采用附有内盖的白色聚乙烯塑料瓶包装。每瓶净重 500 g。外包装采用瓦楞纸箱,每箱 10 瓶。

7.3 食品添加剂 二氧化硅在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮。不得与有毒有害物品混运以防污染,保持包装箱完整。

7.4 食品添加剂 二氧化硅贮存时应严防受潮,不允许与易挥发物长期放在同一库房内,不得与有毒有害物质混放以防污染,保持包装箱完整。