



中华人民共和国国家标准

GB 1886.213—2016

食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化硫

2016-08-31 发布

2017-01-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

食品安全国家标准

食品添加剂 二氧化硫

1 范围

本标准适用于吸收法、纯氧燃硫法、三氧化硫-硫磺法制得食品添加剂液体二氧化硫或吸收法制得
的食品添加剂二氧化硫溶液。

2 分子式和相对分子质量

2.1 分子式

SO₂

2.2 相对分子质量

64.06(按 2013 年国际相对原子质量)

3 技术要求

3.1 感官要求

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	按照 GB/T 3637—2011 中 4.2 规定对液态二氧化硫进行采样,并 在自然光下观察色泽和状态;二氧化硫溶液可直接观察
状态	气体或液体	

3.2 理化指标

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
	液体二氧化硫	二氧化硫溶液	
二氧化硫含量(SO ₂),w/%	≥99.9	6.0~7.0	附录 A 中 A.4
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 2.0	—	附录 A 中 A.5
硒(Se)/(mg/kg)	≤ 20.0	2.0	附录 A 中 A.6
砷(As)/(mg/kg)	≤ 2.0	0.20	附录 A 中 A.7

表 2 (续)

项 目		指标		检验方法
		液体二氧化硫	二氧化硫溶液	
铁(Fe)/(mg/kg)	≤	—	5.0	附录 A 中 A.8
水分, w/%	≤	0.05	—	附录 A 中 A.9
不挥发物, w/%	≤	0.05	—	附录 A 中 A.10
氯化物(以 Cl 计)/(mg/kg)	≤	—	5	附录 A 中 A.11
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤	—	2	GB 5009.74
灼烧残渣/(mg/kg)	≤	—	50	附录 A 中 A.12

附 录 A 检 验 方 法

A.1 警 示

二氧化硫气体对眼睛、咽喉和呼吸系统具有强烈的腐蚀性,操作时应在通风良好的状态下进行,操作者应做好个人防护(如戴化学安全防护眼镜、橡胶耐油手套,必要时佩戴过滤式防毒面具)。

本检验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作者须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。使用易燃品时,严禁使用明火加热。

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 规定的三级水。试验中所用标准溶液、杂质标准溶液、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 的规定制备。实验中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 溴化汞试纸。

A.3.1.2 淀粉-碘化钾试纸。

A.3.2 鉴 别 方 法

A.3.2.1 含 硫 物 质 的 鉴 别

试样可使湿润的溴化汞试纸变黑。

A.3.2.2 氧 化 性 的 鉴 别

试样可使湿润的淀粉-碘化钾试纸变蓝。

A.4 二 氧 化 硫 (SO₂) 含 量 的 测 定

A.4.1 差 减 法 (适 用 于 液 体 二 氧 化 硫)

二氧化硫(SO₂)含量的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

$$w_1 = 100\% - (w_3 + w_4) \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

w_3 ——按 A.9 测得的水分质量分数, %;

w_4 ——按 A.10 测得的不挥发物质量分数, %。

计算结果修约到 1 位小数。

A.4.2 容量法(适用于二氧化硫溶液)

A.4.2.1 方法提要

在弱酸性溶液中,用碘将亚硫酸根离子氧化成硫酸根离子。以淀粉为指示剂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定过量的碘。

A.4.2.2 试剂和材料

A.4.2.2.1 碘标准溶液: $c(\frac{1}{2}I_2)=0.1\text{ mol/L}$ 。

A.4.2.2.2 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(Na_2S_2O_3)=0.1\text{ mol/L}$ 。

A.4.2.2.3 可溶性淀粉溶液:5 g/L。

A.4.2.3 分析步骤

移取 50 mL 碘标准溶液,置于碘量瓶中。称取约 2.0 g 试样,精确至 0.000 2 g,加入到碘量瓶中,加塞、水封,在暗处放置 5 min。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,近终点时,加入 2 mL 可溶性淀粉溶液,继续滴定至溶液蓝色消失为终点。同时进行空白试验。

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)与测定试样相同。

A.4.2.4 结果计算

二氧化硫(SO₂)含量的质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times M}{m_1 \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

V_1 ——空白试验所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——二氧化硫的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\frac{1}{2}SO_2)=32.03$];

m_1 ——试样的质量,单位为克(g);

1 000——换算因子。

试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 铅(Pb)的测定

A.5.1 试剂和材料

硝酸。

A.5.2 仪器和设备

沸水浴。

A.5.3 分析步骤

A.5.3.1 取样

按照 GB/T 3637—2011 的 4.1.1 取样后,用减量法称取 50 g 试样,置于锥形瓶中。

A.5.3.2 试验溶液 A 的制备

将装有试样的锥形瓶置于沸水浴上加热(加热过程中可适当补充少量水,防止试样蒸干),直至无二氧化硫逸出为止。加入 3 mL 硝酸和 10 mL 水,用电炉加热 15 min,不应蒸干。冷却后,把锥形瓶中的溶液转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀后移取 10 mL 至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A,用于试样的铅含量和硒含量的测定。

A.5.3.3 测定

按 GB 5009.12 对试验溶液 A 进行测定。

A.6 硒(Se)的测定

液体二氧化硫试样的测定:移取 0.5 mL 试验溶液 A,以下按 GB 5009.93—2010 的规定进行操作并测定。

二氧化硫溶液试样的测定:称取 2 g 试样,精确至 0.001 g,置于烧杯中,加入 10 mL 水,在沸水浴上蒸发至体积约为 5 mL,用 5 mL 盐酸溶液(6 mol/L)溶解残渣,置于电炉上加热至产生白烟后冷却,转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。移取 10 mL 该溶液,以下按 GB 5009.93—2010 的规定进行操作并测定。

A.7 砷(As)的测定

液体二氧化硫试样的测定:按 GB 5009.76 的规定对试验溶液 A 进行测定。

二氧化硫溶液试样的测定:称取 40 g 试样,精确至 0.01 g,置于电炉上加热保持微沸至试液体积至约 5 mL,冷却,按 GB 5009.76 的规定进行测定。

A.8 铁(Fe)的测定

A.8.1 试剂和材料

A.8.1.1 氨水溶液:10%。

A.8.1.2 抗坏血酸溶液:100 g/L。

A.8.1.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH≈3)。

A.8.1.4 1,10-菲罗啉溶液:2 g/L。

A.8.1.5 铁标准使用溶液:1 mL 溶液含铁(Fe)0.010 mg,用移液管移取 10 mL 按 GB/T 602 配制的铁标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

A.8.1.6 精密 pH 试纸。

A.8.2 分析步骤

称取 $2 \text{ g} \pm 0.001 \text{ g}$ 试样,置于 50 mL 比色管中,加入 5 mL 水,滴加氨水溶液至试液 pH 约为 3(用精密 pH 试纸检验),加入 2 mL 抗坏血酸溶液,摇匀,加 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH≈3)、加 2 mL 1,10-菲罗啉溶液,加水至 50 mL 后摇匀,放置 5 min。所呈红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备:移取 1 mL 铁标准使用溶液,用水稀释至 10 mL,与试验溶液同时同样处理。

A.9 水分的测定

按照 GB/T 3637—2011 的 4.1.1 取样后,用减量法称取 50 g 试样,置于已干燥后的卡尔·费休滴定杯中,精确至 0.01 g。以下按 GB 5009.3—2010 第四法卡尔·费休法测定。水分的质量分数以 w_3 计。

A.10 不挥发物的测定

A.10.1 分析步骤

按照 GB/T 3637—2011 的 4.1.1 取样后,用减量法称取 50 g 试样,置于已于干燥器中干燥 1 h 的 250 mL 的锥形瓶中。

将锥形瓶于蒸汽浴上蒸发至直至无二氧化硫气味逸出为止。用干燥空气置换出瓶中残余蒸汽。用滤纸擦干锥形瓶外壁,置于干燥器中干燥、冷却 1 h,称量质量,精确至 0.01 g。

A.10.2 结果计算

不挥发物的质量分数 w_4 ,按式(A.3)计算:

$$w_4 = \frac{m_2 - m_3}{m_4} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

m_2 ——锥形瓶和不挥发物的质量,单位为克(g);

m_3 ——锥形瓶的质量,单位为克(g);

m_4 ——试样的质量,单位为克(g)。

试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.11 氯化物(以 Cl 计)的测定

A.11.1 方法提要

在酸性介质中加入硝酸银溶液,与氯离子生成白色氯化银悬浮液,与标准比浊溶液比较。

A.11.2 试剂和材料

A.11.2.1 硝酸溶液:1+5。

A.11.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

A.11.2.3 氯化物标准溶液:1 mL 溶液含氯(Cl)0.1 mg。

A.11.3 分析步骤

称取 10.00 g±0.01 g 试样,置于烧杯中加盖表面皿,加热至微沸并保持 5 min,将烧杯中剩余溶液移入 50 mL 的比色管中,调整溶液体积约 40 mL,加入 5 mL 硝酸溶液和 1 mL 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 5 min 后进行比浊。其浊度不应超过标准比浊溶液产生的浊度。

标准比浊溶液:取 0.5 mL 氯化物标准溶液,置于比色管中,调整溶液体积约 40 mL,加入 5 mL 硝酸溶液和 1 mL 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 5 min 后进行比浊。

A.12 灼烧残渣的测定

A.12.1 仪器和设备

A.12.1.1 瓷蒸发皿:100 mL。

A.12.1.2 高温炉:能控制温度在 $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A.12.2 分析步骤

称取 $20.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于预先于 $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧至质量恒定瓷蒸发皿中,于沸水浴上蒸发至干后,移入高温炉中,升温至 $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中灼烧至质量恒定,冷却,称量。

A.12.3 结果计算

灼烧残渣的质量分数 w_6 ,按式(A.4)计算:

$$w_6 = \frac{m_6}{m_5} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

m_6 ——灼烧后残渣的质量,单位为克(g);

m_5 ——试样的质量,单位为克(g)。

试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%。