



中华人民共和国国家标准

GB 1886.216—2016

食品安全国家标准

食品添加剂 氧化镁(包括重质和轻质)

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 氧化镁(包括重质和轻质)

1 范围

本标准适用于以碱式碳酸镁或氢氧化镁煅烧制得食品添加剂轻质氧化镁;以重质碳酸镁或重质氢氧化镁煅烧制得食品添加剂重质氧化镁。

2 分子式和相对分子质量

2.1 分子式

MgO

2.2 相对分子质量

40.30(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	白色	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	粉末	

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
氧化镁(MgO,灼烧后)含量,w/%	96.0~100.5	附录 A 中 A.4
氧化钙(CaO),w/%	≤ 1.5	附录 A 中 A.5
酸不溶物,w/%	≤ 0.1	附录 A 中 A.6
灼烧减量,w/%	≤ 5.0	附录 A 中 A.7
游离碱	通过试验	附录 A 中 A.8

表 2 (续)

项 目	指 标	检 验 方 法
可溶性盐	通过试验	附录 A 中 A.9
砷(As)/(mg/kg) ≤	3.0	GB 5009.76
铅(Pb)/(mg/kg) ≤	4.0	GB 5009.12 或 GB 5009.75

附录 A

检验方法

A.1 警示

本检验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,操作者应小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

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 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、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 氯化铵。

A.3.1.2 盐酸溶液:1+3。

A.3.1.3 氨水溶液:2+3。

A.3.1.4 碳酸铵溶液:200 g/L。称取 20.0 g 碳酸铵,溶于水,加入 20 mL 氨水,用水稀释至 100 mL。

A.3.1.5 磷酸钠溶液:60 g/L。

A.3.2 鉴别方法

称取约 1 g 试样,溶解于 25 mL 盐酸溶液中,在氯化铵的存在下,试样溶液与加入的碳酸铵溶液不生成沉淀,继续加入磷酸钠溶液时,生成不溶于氨水溶液的白色结晶沉淀物。

A.4 氧化镁(MgO,灼烧后)含量的测定

A.4.1 方法提要

用三乙醇胺掩蔽少量三价铁、三价铝和二价锰等离子,在 pH 为 10 时,以铬黑 T 作指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定,计算出钙镁含量,从中减去钙含量为氧化镁含量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 盐酸溶液:1+1。

A.4.2.2 氨水溶液:1+1。

A.4.2.3 三乙醇胺溶液:1+3。

A.4.2.4 氨-氯化铵缓冲溶液甲(pH≈10)。

A.4.2.5 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})=0.02\text{ mol/L}$ 。

A.4.2.6 铬黑 T 指示剂。

A.4.3 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,用少量水润湿,加入约 55 mL 盐酸溶液,搅拌至试样完全溶解。盖上表面皿,煮沸 3 min~5 min,冷却后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此为试样溶液 A,用于氧化镁含量、氧化钙含量的测定。

用移液管移取 25 mL 试样溶液 A,置于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 25 mL 该试样溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 50 mL 水,用氨水溶液调节溶液至 pH7~8(用 pH 广泛试纸检验),加入 5 mL 三乙醇胺溶液,10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲,0.1 g 铬黑 T 指示剂,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色为终点。

A.4.4 结果计算

氧化镁(MgO,灼烧后)含量的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_1 - \frac{V_2}{20}) \times c \times M_1}{m_1 \times \frac{25}{500} \times \frac{25}{250} \times 1\,000} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

V_1 ——滴定试样溶液所消耗的乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——A.5.2.5 中滴定氧化钙所消耗的乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

20 ——换算因子;

c ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M_1 ——氧化镁的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{MgO})=40.30$];

m_1 ——试样的质量,单位为克(g);

25 ——移取试样溶液 A 的体积,单位为毫升(mL);

500 ——容量瓶的容积,单位为毫升(mL);

25 ——移取试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

250 ——容量瓶的容积,单位为毫升(mL);

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 氧化钙(CaO)的测定

A.5.1 方法提要

用三乙醇胺掩蔽少量三价铁、三价铝和二价锰等离子,在 pH 为 12.5 时,以钙试剂羧酸钠盐作指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定钙离子。

A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 氢氧化钠溶液:100 g/L。

A.5.2.2 三乙醇胺溶液:1+3。

A.5.2.3 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})=0.02 \text{ mol/L}$ 。

A.5.2.4 钙试剂羧酸钠盐指示剂。称取 10 g 于 105 °C ± 5 °C 下烘干 2 h 的氯化钠,置于研钵内,加入 0.1 g 钙试剂羧酸钠盐研细、混匀。置于称量瓶中,于干燥器中保存。使用期为两个月。

A.5.2.5 分析步骤

用移液管移取 50 mL 试样溶液 A(A.4.3),置于 250 mL 锥形瓶中。加入 30 mL 水,5 mL 三乙醇胺溶液,摇动下滴加氢氧化钠溶液,当溶液刚出现沉淀时,加入 0.1 g 钙试剂羧酸钠盐指示剂,继续滴加氢氧化钠溶液至溶液由蓝色变为酒红色,并过量 0.5 mL。用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定至溶液由酒红色变为纯蓝色为终点。

A.5.3 结果计算

氧化钙(CaO)含量的质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{V_2 \times c \times M_2}{m_1 \times \frac{50}{500} \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

V_2 ——滴定试样溶液所消耗的乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M_2 ——氧化钙的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{CaO})=56.08$];

m_1 ——A.4.3 中试样的质量,单位为克(g);

50 ——移取试样溶液 A 的体积,单位为毫升(mL);

500 ——容量瓶的容积,单位为毫升(mL);

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 0.1%。

A.6 酸不溶物的测定

A.6.1 试剂和材料

A.6.1.1 盐酸溶液:1+1。

A.6.1.2 硝酸银溶液:17 g/L。

A.6.2 仪器和设备

A.6.2.1 瓷坩埚:30 mL。

A.6.2.2 高温炉:温度能控制为 875 °C ± 25 °C。

A.6.3 分析步骤

称取约 2 g 试样,精确至 0.000 2 g。置于烧杯中,加入 75 mL 水,搅拌。分次加入约 20 mL 盐酸溶液至试样不再溶解,煮沸 5 min,趁热用中速定量滤纸过滤,用热水洗至滤液无氯离子(用硝酸银溶液检验),将滤纸连同不溶物置于预先于 875 °C ± 25 °C 灼烧至质量恒定的瓷坩埚中,干燥、灰化后置于 875 °C ± 25 °C 的高温炉中灼烧至质量恒定。

A.6.4 结果计算

酸不溶物的质量分数 w_3 ,按式(A.3)计算:

$$w_3 = \frac{m_2}{m_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：
 m_2 ——灼烧后残余物的质量，单位为克(g)；
 m_3 ——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 0.02%。

A.7 灼烧减量的测定

A.7.1 仪器和设备

- A.7.1.1 瓷坩埚：30 mL。
- A.7.1.2 高温炉：温度能控制为 875 °C ± 25 °C。

A.7.2 分析步骤

称取约 0.5 g 试样，精确至 0.000 2 g。置于预先于 875 °C ± 25 °C 灼烧至质量恒定的瓷坩埚中，置于 875 °C ± 25 °C 的高温炉中灼烧至质量恒定。

A.7.3 结果计算

灼烧减量的质量分数 w_4 ，按式(A.4)计算：

$$w_4 = \frac{m_4 - m_5}{m_4} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中：
 m_4 ——试样的质量，单位为克(g)；
 m_5 ——灼烧后试样的质量，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.8 游离碱的测定

A.8.1 试剂和材料

- A.8.1.1 硫酸标准滴定溶液： $c(\frac{1}{2}H_2SO_4) = 0.100 \text{ mol/L}$ 。
- A.8.1.2 甲基红指示液：1 g/L。

A.8.2 分析步骤

称取 2.00 g ± 0.01 g 试样，置于烧杯中。加入 100 mL 水，盖上表面皿，煮沸 5 min。趁热用中速定性滤纸过滤，滤液收集于 100 mL 容量瓶中，冷却后用水稀释至刻度，摇匀。此为试样溶液 B，用于游离碱、可溶性盐的测定。

用移液管移取 50 mL 试样溶液 B，置于锥形瓶中，加入 2 滴甲基红指示液，用硫酸标准滴定溶液滴定至溶液变为红色。硫酸标准滴定溶液的消耗量不大于 2.0 mL，即为通过试验。

A.9 可溶性盐的测定

A.9.1 仪器和设备

A.9.1.1 电热恒温干燥箱:温度能控制为 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A.9.1.2 恒温水浴。

A.9.2 分析步骤

用移液管移取 25 mL 的试样溶液 B(A.8.2)于预先于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥至质量恒定的蒸发皿中,于恒温水浴中蒸发至干。将蒸发皿置于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中干燥 1 h。取出,冷却,称量。残渣量不大于 10 mg,即为通过试验。
