

中华人民共和国国家标准

GB 14936—94

硅藻土卫生标准

Hygienic standard of diatomaceous earth

1 主题内容与适用范围

本标准规定了硅藻土的卫生要求。

本标准适用于以硅藻土为原料,经高温焙烧而制成的硅藻土焙烧品、助熔焙烧品,作为过滤酒类、饮料、食用油脂、糖类等液体食品的助滤剂。

2 引用标准

GB 8449 食品添加剂中铅的测定方法

GB 8450 食品添加剂中砷的测定方法

GB 7718 食品标签通用标准

3 术语

3.1 硅藻土焙烧品

经 800~1 200℃焙烧而制成。

3.2 硅藻土助熔焙烧品

加入少量助熔剂,经 800~1 200℃焙烧而制成。

4 感官指标

4.1 焙烧品粉红色或淡红褐色或淡黄色粉末。

4.2 助熔焙烧品白色或淡红褐色粉末。

5 理化指标

理化指标见下表:

项 目	指 标
含量, %	≥ 75
pH 值	5~11
水可溶物, %	≤ 0.5
盐酸可溶物, %	≤ 3.0
灼烧失重, %	≤ 2.0
铅(以 Pb 计), mg/kg	≤ 4.0
砷(以 As 计), mg/kg	≤ 5.0

中华人民共和国卫生部 1994-01-24 批准

1994-08-01 实施

6 检验方法

6.1 按产品数量的 0.1%，抽取检验样；小批量生产，每次取样不少于 6 份，每份不少于 500 g，分别注明产品名称、批号、原料产地、焙烧方式、取样日期。样品一半供化验用，另一半保存三个月，备作仲裁分析用。

6.2 感官检查

样品应是白色、淡黄色或浅红色粉末。

6.3 理化检验

6.3.1 含量

6.3.1.1 氟硅酸钾容量法(甲法)

6.3.1.1.1 原理

试样中的游离二氧化硅用氟硼酸分离后，经氢氟酸分解，在有氯化钾共存时形成硅氟酸钾沉淀，将过滤后的沉淀物水解成氢氟酸，用标准氢氧化钠滴定，计算出游离二氧化硅含量。

6.3.1.1.2 试剂

6.3.1.1.2.1 氟硼酸

6.3.1.1.2.2 氢氟酸-氯化钾饱和溶液：将大约 100 g 氯化钾加入 250 mL 氢氟酸中，使之过饱和，放置过夜。

6.3.1.1.2.3 氯化钾-乙酸溶液：将大约 20 g 氯化钾加入到 200 mL 50% 乙醇水溶液中，使之过饱和，滴入两滴甲基红指示剂，用氢氧化钠溶液调至溶液刚变黄色，pH 为 6 左右。

6.3.1.1.2.4 甲基红指示剂：0.2% 乙醇溶液。

6.3.1.1.2.5 溴麝香草酚蓝指示剂：0.1% 乙醇溶液。

6.3.1.1.2.6 酚酞指示剂：1% 乙醇溶液。

6.3.1.1.2.7 0.5 mol/L 氢氧化钠标准溶液。

6.3.1.1.2.7.1 配制：称取 20 g 氢氧化钠溶于 1 000 mL 新煮沸冷却后的水中，贮存于塑料瓶中。

6.3.1.1.2.7.2 标定：准确称取 110℃ 干燥至恒重的邻苯二甲酸氢钾约 3 g 于烧杯中，加 50 mL 新煮沸过的冷水，振摇使之溶解。加 2 滴酚酞指示剂，用配制的氢氧化钠溶液滴定至溶液呈浅粉红色，0.5 min 不退色。

6.3.1.1.2.7.3 同时作空白实验。

6.3.1.1.2.7.4 计算

$$c = \frac{m}{(V_1 - V_0) \times 204.2} \times 1000 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：c——氢氧化钠标准溶液的浓度，mol/L；

m——邻苯二甲酸氢钾的质量，g；

V₁——氢氧化钠标准溶液的用量，mL；

V₀——空白试验中氢氧化钠标准溶液的用量，mL；

204.2——1 mol 邻苯二甲酸氢钾的质量，g/mol。

6.3.1.1.3 仪器

6.3.1.1.3.1 聚四氟乙烯坩埚，30 mL；

6.3.1.1.3.2 塑料烧杯，250 mL；

6.3.1.1.3.3 塑料漏斗；

6.3.1.1.3.4 塑料搅拌棒；

6.3.1.1.3.5 碱式滴定管, 25 mL。

6.3.1.1.4 操作方法

6.3.1.1.4.1 分离: 准确称取 0.100 0 g 样品于聚四氟乙烯坩埚中, 加氟硼酸 3 mL, 摇匀, 加盖, 置 90℃ 烘箱中 30 min, 冷至室温, 用塑料漏斗和定性滤纸过滤。

6.3.1.1.4.2 分解: 将沉淀连同滤纸放回到原聚四氟乙烯坩埚中, 倒入 5~10 mL 氢氟酸-氯化钾饱和溶液, 加盖, 文火煮沸 1 min, 冷至室温, 用塑料漏斗和定性滤纸过滤, 用氯化钾-乙醇溶液洗坩埚及滤纸和沉淀 2~3 次。滤纸连同沉淀转入塑料烧杯中, 加 10 mL 氯化钾-乙醇溶液及 3 滴溴麝香草酚蓝指示剂, 在塑料棒搅拌下用氢氧化钠标准溶液滴定中和沉淀和滤纸上残留的酸至溶液变蓝。

6.3.1.1.4.3 水解和滴定: 加入 30~40 mL 沸水于塑料烧杯中, 立即用标准氢氧化钠滴定至呈稳定蓝色, 0.5 min 颜色不退, 记录所消耗标准溶液的体积 V 。

6.3.1.1.5 计算

$$X = \frac{c \times V \times 15.02}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: X ——二氧化硅的含量, %;

c ——标准氢氧化钠浓度, mol/L;

V ——滴定标准氢氧化钠体积, mL;

m ——称取样品的质量, g;

15.02——1 mol 1/4 二氧化硅的质量, g/mol。

6.3.1.2 氢氟酸重量法(乙法)

6.3.1.2.1 原理

样品中的二氧化硅与氢氟酸反应, 生成可挥发的硅氟酸, 重量法测定游离二氧化硅的含量。

6.3.1.2.2 试剂

6.3.1.2.2.1 氢氟酸: 分析纯;

6.3.1.2.2.2 硫酸: 1:2。

6.3.1.2.3 仪器

6.3.1.2.3.1 铂金坩埚;

6.3.1.2.3.2 分析天平。

6.3.1.2.4 操作方法

精密称取 550℃ 焙烧过的硅藻土约 0.200 0 g (可用测定过灼烧失重的样品) 于已在该温度下恒重的铂金坩埚中, 加入氢氟酸 5 mL, 硫酸(1:2) 2 滴, 缓慢蒸干, 冷却至室温; 再加 5 mL 氢氟酸, 继续加热蒸干; 在 550℃ 下灼烧 2 h, 冷却, 称至恒重。

6.3.1.2.5 计算

$$X = \frac{W_1 - W_2}{W_1 - W_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: X ——二氧化硅含量, %;

W_0 ——坩埚重, g;

W_1 ——HF 处理前坩埚与样品总重, g;

W_2 ——HF 处理后坩埚与样品总重, g。

6.3.2 pH 值

6.3.2.1 原理

以玻璃电极为指示电极,饱和甘汞电极为参比电极,插入溶液中组成原电池。25℃时,每单位 pH 标度相当于 59.1 mV 电动势变化值,在仪器上直接以 pH 值的读数表示。温度差异在仪器上有补偿装置。

6.3.2.2 仪器

酸度计。

6.3.2.3 样品处理

称取 10.0 g $105 \pm 1^\circ\text{C}$ 干燥 4 h 的样品于 250 mL 锥形烧杯中,加 100 mL 水,置沸水浴中边加热边搅拌,冷却后用慢速定量滤纸减压过滤,将滤液转入 100 mL 容量瓶中,用少量水洗不溶物三次,洗涤液并入容量瓶中,加水稀释至刻线,得到 A 液。

6.3.2.4 操作方法

取 A 液用酸度计测定 pH 值。

6.3.2.5 计算

直接读数。

6.3.3 水可溶物

6.3.3.1 原理

硅藻土中的可溶于水的物质经溶解、过滤后,用重量法测定。

6.3.3.2 仪器

6.3.3.2.1 水浴锅。

6.3.3.2.2 分析天平。

6.3.3.3 操作方法

取 A 液 25.0 mL 于 $105 \pm 1^\circ\text{C}$ 下已恒重的蒸发皿中,沸水浴蒸发至干, $105 \pm 1^\circ\text{C}$ 干燥 1 h,直至恒重。

6.3.3.4 计算

$$\text{水可溶物}(\%) = \frac{W_1 - W_0}{m \times \frac{V_1}{V_0}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: W_1 ——蒸发皿与残留渣总重, g;

W_0 ——蒸发皿重, g;

m ——样品重, g;

V_1 ——取试样溶液的体积, mL;

V_0 ——样品溶液的总体积, mL。

6.3.4 盐酸可溶物

6.3.4.1 原理

硅藻土中可溶于强酸溶液的物质,经溶解,过滤后,用重量法测定。

6.3.4.2 试剂、仪器

6.3.4.2.1 硫酸溶液: 1 mol/L 水溶液。

6.3.4.2.2 盐酸溶液: 0.5 mol/L 水溶液。

6.3.4.2.3 恒温水浴箱。

6.3.4.2.4 分析天平。

6.3.4.3 样品处理

取硅藻土 ($105 \pm 1^\circ\text{C}$, 干燥 4 h) 10.0 g, 放入 250 mL 锥形烧瓶中, 加入 50 mL 0.5 mol/L 盐酸, 在

70℃水浴中边搅拌边加热 15 min,冷却,然后用定量慢速滤纸减压过滤,并用 0.5 mol/L 盐酸三次洗涤残留物(每次 10 mL),将滤液和洗涤液合并,加水定容至 100 mL,本溶液称 B 溶液。

6.3.4.4 操作方法

取 B 液 5 mL,加入 1 mol/L 硫酸溶液 1 mL,蒸发至干,在 550℃下灼灼至恒重,即可求出盐酸可溶物。

6.3.4.5 计算

$$\text{盐酸可溶物}(\%) = \frac{W_1 - W_0}{m \times \frac{V_1}{V_2}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中: W_1 ——蒸发皿与残渣总重, g;

W_0 ——蒸发皿重, g;

m ——样品重, g;

V_1 ——取试样溶液的体积, mL;

V_2 ——样品溶液的总体积, mL。

6.3.5 灼烧失重

6.3.5.1 原理

硅藻土经灼烧后,去除水分及有机物质,用重量法测定。

6.3.5.2 仪器

高温炉。

6.3.5.3 操作方法

精密称取 1 g 在 $105 \pm 1^\circ\text{C}$ 干燥 4 h 后的样品于已在 550℃恒重的瓷坩埚中,在 550℃灼烧 1.5 h,称重,此温度再次灼烧 1 h,直至恒重。

6.3.5.4 计算

$$\text{灼烧失重}(\%) = \frac{W_1 - W_2}{W_1 - W_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中: W_0 ——坩埚重, g;

W_1 ——灼烧前坩埚与样品重, g;

W_2 ——灼烧后坩埚与残渣总重, g。

6.3.6 铅

6.3.6.1 双硫脲比色法

取 B 液 10.0 mL,按 GB 8449 操作。

6.3.7 砷

6.3.7.1 银盐法

取 B 液 10.0 mL,按 GB 8450 操作。

7 标志

按 GB 7718 执行。

附加说明：

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由吉林省食品卫生监督检验所、青岛市卫生防疫站、云南省食品卫生监督检验所、宁波市卫生防疫站负责起草。

本标准主要起草人杨国柱、王云贤、金秀华、于国胜、蔡秀成。

本标准由卫生部委托技术归口单位卫生部食品卫生监督检验所负责解释。