



中华人民共和国国家标准

GB 1886.9—2016

食品安全国家标准

食品添加剂 盐酸

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

前 言

本标准代替 GB 1897—2008《食品添加剂 盐酸》。

本标准与 GB 1897—2008 相比,主要变化如下:

——标准名称修改为“食品安全国家标准 食品添加剂 盐酸”。

食品安全国家标准

食品添加剂 盐酸

1 范围

本标准适用于氯气和氢气合成经水吸收制得的食品添加剂盐酸。

2 分子式和相对分子质量

2.1 分子式

HCl

2.2 相对分子质量

36.46(按 2007 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	无色或浅黄色	取适量试样置于 50 mL 烧杯中,在自然光线下观察其色泽和状态
状态	透明液体	

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
总酸度(以 HCl 计), $w/\%$	\geq 31.0	附录 A 中 A.4
铁(以 Fe 计), $w/\%$	\leq 0.000 5	附录 A 中 A.5
硫酸盐(以 SO_4 计), $w/\%$	\leq 0.007	附录 A 中 A.6
游离氯(以 Cl 计), $w/\%$	\leq 0.003	附录 A 中 A.7
还原物(以 SO_3 计), $w/\%$	\leq 0.007	附录 A 中 A.8
不挥发物, $w/\%$	\leq 0.05	附录 A 中 A.9
砷(As)/(mg/kg)	\leq 1.0	附录 A 中 A.10
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	\leq 5	GB 5009.74

附录 A 检验方法

A.1 安全提示

警告——盐酸具有强腐蚀性,操作者应采取适当的安全和健康措施,接触人员应佩戴防护眼镜、耐酸手套等防护用品。

本试验方法中部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时应小心谨慎。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 规定的三级水。试剂中所用标准溶液、杂质测定用标准溶液、制剂和制品,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。试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 硝酸银溶液:2 g/L。

A.3.1.2 氨水溶液:2+3。

A.3.1.3 甲基橙指示液:1 g/L。

A.3.2 鉴别方法

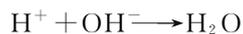
A.3.2.1 量取 1 mL 试样于 50 mL 水中,滴加硝酸银溶液,即产生白色乳状沉淀。能在氨溶液中溶解,在硝酸中不溶解。

A.3.2.2 量取 1 mL 试样于 100 mL 水中,加 2 滴甲基橙溶液,溶液变为红色,该水溶液为强酸性。

A.4 总酸度(以 HCl 计)的测定

A.4.1 方法原理

试样溶液以溴甲酚绿为指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为蓝色为终点。反应式如下:



A.4.2 试剂和材料

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 溴甲酚绿指示液:1 g/L。

A.4.3 仪器和设备

A.4.3.1 锥形瓶,100 mL(具磨口塞)。

A.4.3.2 滴定管,50 mL,A级,有0.1 mL分度值。

A.4.4 分析步骤

A.4.4.1 试样

量取约3 mL试样,置于内装约15 mL水并已称量(精确到0.000 1 g)的锥形瓶中,混匀并称量(精确到0.000 1 g)。

A.4.4.2 测定

向试样中加2滴~3滴溴甲酚绿指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为蓝色为终点。

A.4.5 结果计算

总酸度(以HCl计)的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{\frac{V}{1\,000} \times c \times M}{m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

V ——滴定中消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

1 000 ——换算系数;

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氯化氢的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), $[M(\text{HCl})=36.46]$;

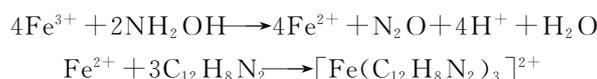
m_1 ——试样的质量,单位为克(g)。

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0.2%。

A.5 铁(以Fe计)的测定

A.5.1 方法原理

用盐酸羟胺将试样中 Fe^{3+} 还原成 Fe^{2+} ,在pH为4.5缓冲溶液体系中, Fe^{2+} 与1,10-菲罗啉反应生成橙红色络合物,用分光光度计测定吸光度。反应式如下:



A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 盐酸溶液:1+10。

A.5.2.2 氨水溶液:1+1。

A.5.2.3 盐酸羟胺溶液:100 g/L。

A.5.2.4 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH \approx 4.5。

A.5.2.5 铁标准储备溶液:1 mL溶液含铁(Fe)0.1 mg。

称取0.864 g硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$,溶于水,加10 mL硫酸溶液(25%),移入1 000 mL容量瓶中,稀释至刻度。

A.5.2.6 铁标准溶液:1 mL溶液含铁(Fe)0.01 mg。

用移液管移取10 mL铁标准储备溶液(A.5.2.5),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.5.2.7 1,10-菲罗啉溶液:2 g/L。应避光保存,仅使用无色溶液。

A.5.3 仪器和设备

一般的实验室仪器和分光光度计。

A.5.4 分析步骤

A.5.4.1 标准曲线绘制

A.5.4.1.1 按表 A.1 量取铁标准溶液(A.5.2.6)分别置于六个 50 mL 容量瓶中。

表 A.1 标准曲线绘制时所需的铁标准溶液体积

铁标准溶液体积/mL	对应的铁质量/ μg
0	0
2.0	20
4.0	40
6.0	60
8.0	80
10.0	100

A.5.4.1.2 向每个容量瓶中加入 10 mL 盐酸溶液,加水至约 20 mL,用氨水调至溶液 pH 为 2~3,然后依次加入 1 mL 盐酸羟胺溶液、5 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液和 2 mL 1,10-菲罗啉溶液,用水稀释至刻度,摇匀。静置 15 min。

A.5.4.1.3 用适宜的比色皿,在波长 510 nm 处,用空白溶液调整分光光度计零点,测定溶液吸光度。

A.5.4.1.4 以铁含量(μg)为横坐标,与其对应的吸光度为纵坐标绘制标准曲线或计算线性回归方程。

A.5.4.2 试样溶液制备

量取约 8.6 mL 试样,称量(精确到 0.01 g),置于内装约 50 mL 水的 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

A.5.4.3 试样

量取 10.0 mL 试样溶液置于 50 mL 容量瓶中。

A.5.4.4 空白试验

不加试样,加 10.0 mL 盐酸溶液,采用与测定试样完全相同的分析步骤、试剂和用量进行空白试验。

A.5.4.5 测定

A.5.4.5.1 向试样中加水至约 20 mL,用氨水调至溶液 pH 为 2~3,然后加 1 mL 盐酸羟胺溶液、5 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液和 2 mL 1,10-菲罗啉溶液,用水稀释至刻度,摇匀。静置 15 min。

A.5.4.5.2 用适宜的比色皿,在波长 510 nm 处,用空白溶液调整分光光度计零点,测定溶液吸光度。

A.5.5 结果计算

铁含量(以 Fe 计)的质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{m_3 \times 10^{-6}}{m_2 \times \frac{10}{100}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

m_2 ——试样的质量，单位为克(g)；

10^{-6} ——换算系数；

m_3 ——由标准曲线查得或线性回归方程计算的试样中铁的质量，单位为微克(μg)；

$\frac{10}{100}$ ——换算系数。

取平行测定结果的算术平均值为报告结果。平行测定结果之差的绝对值不大于 0.000 1%。

A.6 硫酸盐(以 SO_4 计)的测定

A.6.1 方法原理

将试样蒸发至干，用盐酸溶液溶解残渣，用甘油-乙醇混合液做稳定剂，加入氯化钡制得悬浮液，用分光光度计测定悬浮液吸光度。

A.6.2 试剂和材料

A.6.2.1 二水氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。

A.6.2.2 甘油-乙醇混合液：1+2。

A.6.2.3 盐酸溶液：1 mol/L。

A.6.2.4 硫酸盐标准溶液：0.1 g/L。

配制方法有两种，任选其一：

- a) 称取 0.148 g 于 105 °C ~ 110 °C 干燥至质量恒定的无水硫酸钠，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度；
- b) 称取 0.181 g 于 105 °C ~ 110 °C 干燥至质量恒定的硫酸钾，溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。

A.6.3 仪器和设备

一般的实验室仪器和分光光度计。

A.6.4 分析步骤

A.6.4.1 标准曲线绘制

A.6.4.1.1 按表 A.2 量取硫酸盐标准溶液分别置于 7 个 50 mL 的容量瓶中。

表 A.2 标准曲线绘制时所需的硫酸盐标准溶液体积

硫酸盐标准溶液/mL	对应的硫酸盐质量/mg
0	0
2.5	0.25
5.0	0.50
7.5	0.75
10.0	1.00

表 A.2 (续)

硫酸盐标准溶液/mL	对应的硫酸盐质量/mg
15.0	1.50
20.0	2.00

A.6.4.1.2 向每个容量瓶中分别加入 3 mL 盐酸溶液和 5 mL 甘油-乙醇混合液,用水稀释至刻度,摇匀。

A.6.4.1.3 将容量瓶中的溶液移入盛有 0.3 g 二水氯化钡的干燥烧杯中,以 2 r/s 的速度摇动 2 min。在室温下,静置 10 min。

A.6.4.1.4 用适宜的比色皿,在波长 450 nm 处,用空白溶液调整分光光度计零点,测定溶液吸光度。

A.6.4.1.5 以硫酸盐含量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制标准曲线或计算线性回归方程。

A.6.4.2 试样

称取约 20 g 试样(精确到 0.01 g),置于蒸发皿中,在蒸汽浴上蒸发至干,冷却至室温,加入 3 mL 盐酸溶液溶解残留物,全部移入 50 mL 容量瓶中,加 5 mL 甘油-乙醇混合液,用水稀释至刻度,摇匀。

A.6.4.3 空白试验

不加试样,采用与测定试样完全相同的分析步骤、试剂和用量进行空白试验。

A.6.4.4 测定

A.6.4.4.1 将试样小心移入盛有 0.3 g 二水氯化钡的干燥烧杯中,以 2 r/s 的速度摇动 2 min。在室温下,静置 10 min。

A.6.4.4.2 用适宜的比色皿,在波长 450 nm 处,用空白溶液调整分光光度计零点,测定溶液吸光度。

A.6.5 结果计算

硫酸盐(以 SO_4 计)的质量分数 w_3 ,按式(A.3)计算:

$$w_3 = \frac{m_5 \times \frac{1}{1\,000}}{m_4} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

m_5 ——由标准曲线上查得或线性回归方程计算的试样中硫酸盐的质量,单位为毫克(mg);

1 000——换算系数;

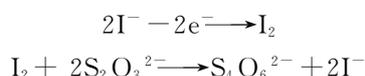
m_4 ——试样的质量,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为报告结果。平行测定结果之差的绝对值不大于 0.001%。

A.7 游离氯(以 Cl 计)的测定

A.7.1 方法原理

试样溶液加入碘化钾溶液,析出碘,以淀粉为指示液,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定游离出来的碘。反应式如下:



A.7.2 试剂和材料

A.7.2.1 盐酸。盐酸中所含的氧化物或还原物质应低于 0.000 2%。

A.7.2.2 碘化钾溶液:150 g/L。

A.7.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.7.2.4 淀粉指示液:10 g/L。本溶液只能保留两周。

A.7.3 仪器和设备

A.7.3.1 锥形瓶,500 mL(具磨口塞)。

A.7.3.2 微量滴定管。

A.7.4 分析步骤

A.7.4.1 试样

量取约 50 mL 试样,置于内装约 100 mL 水并已称量(精确到 0.01 g)的锥形瓶中,冷却至室温,称量(精确到 0.01 g)。

A.7.4.2 空白试验

不加试样,用等量的盐酸代替试样,采用与测定试样完全相同的分析步骤、试剂和用量,进行空白试验。

A.7.4.3 测定

向试样中加 7 mL 碘化钾溶液,塞紧瓶塞摇动,在暗处静置 2 min。加 1 mL 淀粉指示液,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液蓝色消失为终点。

A.7.5 结果计算

游离氯(以 Cl 计)的质量分数 w_4 ,按式(A.4)计算:

$$w_4 = \frac{\frac{V_1 - V_0}{1\,000} \times c \times M}{m_6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

V_1 ——试样滴定消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白滴定消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

1 000——换算系数;

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 ——氯的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), $[M(\text{Cl}) = 35.45]$;

m_6 ——试样的质量,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为报告结果。平行测定结果之差的绝对值不大于 0.001%。

A.8 还原物(以 SO_3 计)的测定

A.8.1 方法原理

在酸性介质中,单质碘遇淀粉指示剂呈蓝色,如遇还原性物质单质碘被还原,溶液颜色变浅或消失。

A.8.2 试剂和材料

A.8.2.1 盐酸。

A.8.2.2 碘化钾溶液:10 g/L。

A.8.2.3 碘标准溶液: $c\left(\frac{1}{2}I_2\right)=0.001$ mol/L。

量取 1 mL 按 GB/T 601 配制的碘标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。该溶液使用前制备。

A.8.2.4 淀粉指示液:10 g/L。

A.8.3 仪器和设备

一般的实验室仪器。

A.8.4 测定

量取 1 mL 盐酸(A.8.2.1),置于 30 mL 试管内,用新近煮沸过且已冷却的水稀释至 20 mL,加入 1 mL 碘化钾溶液、1 mL 淀粉指示液和 2 mL 碘标准溶液,摇匀。向试管中加入 1 mL 试样,该溶液的蓝色不消失。

A.9 不挥发物的测定

A.9.1 方法原理

将一定量的试样蒸干、恒量,称量。

A.9.2 仪器和设备

一般的实验室仪器。

A.9.3 分析步骤

称取约 5 g 试样(精确到 0.01 g),移入已称量(精确到 0.000 1 g)的蒸发皿中,在蒸汽浴上蒸干,然后在 110 °C 下干燥 1 h。置于干燥器中冷却至室温,称量(精确到 0.000 1 g)。

A.9.4 结果计算

不挥发物的质量分数 w_5 ,按式(A.5)计算:

$$w_5 = \frac{m_8}{m_7} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.5)$$

式中:

m_8 ——不挥发物的质量,单位为克(g);

m_7 ——试样的质量,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为报告结果。平行测定结果之差的绝对值不大于 0.005%。

A.10 砷(As)的测定

A.10.1 砷的测定 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法

A.10.1.1 方法原理

在酸性介质中,用碘化钾与氯化亚锡将 As^{5+} 还原为 As^{3+} ,加锌粒与酸作用,产生新生态氢,使

As^{3+} 进一步还原为砷化氢,被二乙基二硫代氨基甲酸银 $[\text{Ag}(\text{DDTC})]$ 吡啶溶液吸收,生成紫红色胶体溶液,用分光光度计测定吸光度。反应式如下:



A.10.1.2 试剂和材料

A.10.1.2.1 盐酸。

A.10.1.2.2 三氧化二砷。

警告——三氧化二砷为剧毒品。

A.10.1.2.3 锌粒:粒径 0.5 mm~1 mm。

A.10.1.2.4 碘化钾溶液:150 g/L。

A.10.1.2.5 氯化亚锡盐酸溶液:400 g/L。称取 40.0 g 二水氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),溶于 25 mL 水和 75 mL 盐酸混合溶液中。

A.10.1.2.6 砷标准储备溶液:1 mL 溶液含砷(As)0.1 mg。称取 0.132 g 于硫酸干燥器中干燥至质量恒定的三氧化二砷,温热溶于 1.2 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L),移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

A.10.1.2.7 砷标准溶液:1 mL 溶液含砷(As)2.5 mg。用移液管移取 25 mL 砷标准储备溶液(A.10.1.2.6),置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

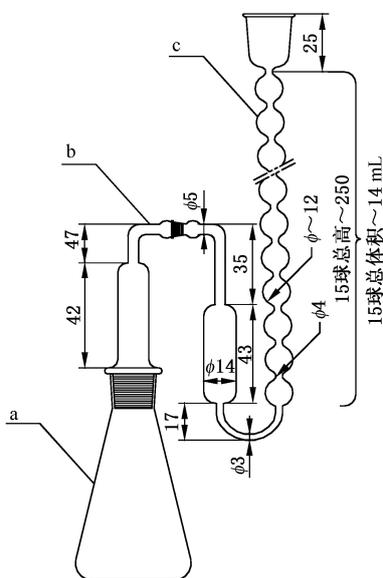
A.10.1.2.8 二乙基二硫代氨基甲酸银吡啶溶液:5 g/L。称取 1.0 g 二乙基二硫代氨基甲酸银,溶于吡啶中,用吡啶稀释至 200 mL。该溶液保存在密闭棕色玻璃瓶中。有效期两周。

A.10.1.2.9 乙酸铅棉花。

A.10.1.3 仪器和设备

A.10.1.3.1 定砷器(见图 A.1)。

单位为毫米



说明:

a——100 mL 锥形瓶;

b——连接管;

c——15 球吸收管。

图 A.1 定砷器示意图

A.10.1.3.2 分光光度计。

A.10.1.4 分析步骤

警告——本试验中部分试剂有毒,试验应在通风橱内进行。

A.10.1.4.1 所有玻璃仪器应谨慎地用热的硫酸洗涤,再用水冲洗、干燥。

A.10.1.4.2 标准曲线绘制

A.10.1.4.2.1 按表 A.3 量取砷标准溶液(A.10.1.2.7),分别置于六个 100 mL 锥形瓶(图 A.1)中。

表 A.3 标准曲线绘制时所需的砷标准溶液体积

砷标准溶液/mL	对应砷质量/ μg
0.0	0
1.0	2.5
2.0	5
4.0	10
6.0	15
8.0	20

A.10.1.4.2.2 向每个锥形瓶中加入 10 mL 盐酸,加水至约 40 mL。

A.10.1.4.2.3 量取 5 mL 二乙基二硫代氨基甲酸银吡啶溶液置于图 A.1 的 c 中,并将图 A.1 的 c 与事先放入乙酸铅棉花的 b 连接好。

A.10.1.4.2.4 向每个锥形瓶中依次加入 2 mL 碘化钾溶液和 2 mL 氯化亚锡盐酸溶液,混匀后,静置 15 min。再加 5 g 锌粒,每更换一批锌粒或新配制一次二乙基二硫代氨基甲酸银吡啶溶液,应重新绘制标准曲线。按图 A.1 迅速连接好仪器,反应 45 min。

A.10.1.4.2.5 用适宜的比色皿,在波长 540 nm 处,以空白溶液调整分光光度计零点,测定溶液吸光度。

A.10.1.4.2.6 以砷含量(μg)为横坐标,与其对应的吸光度为纵坐标绘制标准曲线或回归曲线方程。

A.10.1.4.3 试样

量取 10.0 mL 试样,称量(精确到 0.01 g)(如果试样中砷含量太低,可加大取样量,再加热蒸发至约 10 mL),移至图 A.1a 中,加水至约 40 mL。

A.10.1.4.4 空白试验

不加试样,加 10.0 mL 盐酸,加水至约 40 mL,采用与测定试样完全相同的分析步骤、试剂和用量进行空白试验。

A.10.1.4.5 测定

按 A.10.1.4.2.3~A.10.1.4.2.5 规定进行。

A.10.1.5 结果计算

砷(As)的质量分数 w_6 ,按式(A.6)计算:

$$w_6 = \frac{m_{10}}{m_9 \times 10^6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.6)$$

式中:

m_{10} ——由标准曲线上查得的或回归方程计算的试样中砷的质量,单位为微克(μg);

m_g ——试样的质量,单位为克(g);

10^6 ——换算系数。

取平行测定结果的算术平均值为报告结果。平行测定结果之差的绝对值不大于 0.000 05%。
