备案号:3716—1999
HG 2917—1999

前　　言

本标准是非等效采用美国食品化学药典第四版(1996)[FCC Ⅳ(1996)]《硫酸铝铵》对化工行业标准 HG 2917—1980《食品添加剂　硫酸铝铵》修订而成。试验方法大都采用经典方法和国家标准通用方法。

本标准与 FCC Ⅳ(1996)主要技术差异如下:

FCC Ⅳ(1996)控制碱和碱土金属含量;本标准不控制碱和碱土金属含量,但增设水分、水不溶物和砷含量的指标。

本标准与 HG 2917—1980 的主要技术差异如下:

——增加了氟含量、硒含量和铅含量指标。

——主含量由原来的不少于 99.0%调整为 99.3%～100.5%。

——水不溶物含量由原来的不大于 0.10%调整为 0.20%,理由是:①水不溶物含量指标为非主要指标,对人体无毒害;②由于块状铵明矾与粉状铵明矾生产工艺不同,水不溶物比粉状稍高;③HG 2917—1980 中水不溶物指标不能适用于块状铵明矾;④块状铵明矾产品深受用户欢迎;⑤GB 1895—1994《食品添加剂　钾明矾》的水不溶物指标为不大于 0.2%。

本标准自实施之日起,同时代替 HG 2917—1980。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

本标准由化工部无机盐产品标准化技术归口单位和卫生部食品卫生监督检验所归口。

本标准起草单位:化工部天津化工研究院、安徽庐江矾矿、上海民乐化工有限公司。

本标准主要起草人:苏培基、高纪忠、陈敏健、徐经元、金晔然。

本标准于 1980 年 1 月首次发布为国家标准,1997 年调整为强制性化工行业标准,并重新进行了编号。

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。

中华人民共和国化工行业标准

食品添加剂 硫酸铝铵

Food additive — Aluminum ammonium sulfate

HG 2917—1999

代替 HG 2917—1980

1 范围

本标准规定了食品添加剂 硫酸铝铵的要求、试验方法、检验规则，以及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于食品添加剂 硫酸铝铵，该产品在食品加工中作膨胀剂、腌制剂，也可用于净水。

分子式：$AlNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$

相对分子质量：453.32(按 1995 年相对原子质量计)

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

HG 2927—1989 食品添加剂 磷酸二氢钙

3 要求

3.1 外观：白色结晶粉末或无色块状或粒状。

3.2 食品添加剂 硫酸铝铵应符合表 1 要求。

表 1 要求 %

项 目		指 标
硫酸铝铵[以 $NH_4Al(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ 计]含量(以干基计)		99.3～100.5
水分含量	≤	4.0
水不溶物含量	≤	0.20

国家石油和化学工业局 1999-06-16 批准 2000-06-01 实施

表 1(完)　　%

项　　目		指　　标
砷(As)含量	≤	0.000 2
重金属(以 Pb 计)含量	≤	0.002
铅(Pb)含量	≤	0.001 0
氟化物(F)含量	≤	0.003
硒含量	≤	0.003

4　试验方法

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、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 之规定制备。

4.1　鉴别试验

试样的水溶液呈酸性(pH≈4.2)，具有铝盐、硫酸盐和铵盐的各种反应。

4.1.1　试剂和材料

4.1.1.1　氢氧化钠溶液：40 g/L 和 100 g/L。

4.1.1.2　乙酸铅溶液：50 g/L。

4.1.1.3　乙酸铵溶液：50 g/L。

4.1.1.4　硝酸亚汞试纸：将滤纸浸入 50 g/L 硝酸亚汞溶液内，取出晾干。

4.1.1.5　石蕊试纸。

4.1.2　鉴别方法

4.1.2.1　铝盐鉴别

取试验溶液，加氢氧化钠溶液，即发生白色的胶状沉淀。沉淀能在过量的氢氧化钠溶液中溶解。

4.1.2.2　硫酸盐鉴别

取试样水溶液，加乙酸铅溶液，即发生白色沉淀。分离，沉淀能在乙酸铵溶液或氢氧化钠溶液中溶解。

4.1.2.3　铵盐鉴别

取试样，加过量的 100 g/L 氢氧化钠溶液后，加热即分解，发生氨臭，遇湿润的红色石蕊试纸能使之变蓝色，并能使湿润的硝酸亚汞试纸变成黑色。

4.2　硫酸铝铵含量的测定

4.2.1　方法提要

在弱酸性介质中，EDTA 与铝形成络合物，用硝酸铅返滴定过量的 EDTA。从而确定硫酸铝铵的含量。

4.2.2　试剂和材料

4.2.2.1　盐酸溶液：1＋4。

4.2.2.2　氨水溶液：1＋1。

4.2.2.3　乙酸-乙酸钠缓冲溶液：pH≈6。

4.2.2.4　乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液：c(EDTA)约为 0.05 mol/L。

4.2.2.5　硝酸铅标准滴定溶液：$c[Pb(NO_3)_2]$约为 0.05 mol/L。

4.2.2.6　刚果红试纸。

4.2.2.7　二甲酚橙指示液：2 g/L。

4.2.3　分析步骤

称取约 5 g 按 4.3.3 研磨并经干燥的试样(精确至 0.000 2 g),置于 150 mL 烧杯中,加入 80 mL 水,加热溶解。冷却后移入 250 mL 容量瓶中,加 10 滴盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀(混浊时可过滤,弃去初始滤液),此为溶液 A。

用移液管移取 25 mL 溶液 A,置于 250 mL 锥形瓶中,再用移液管移取 50 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液,放入一小块刚果红试纸,然后用氨水溶液调至试纸呈紫红色(pH≈6),加 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,煮沸 3 min,冷却后加 3～4 滴二甲酚橙指示液,用硝酸铅标准滴定溶液滴定至橙黄色为终点。

同时做空白试验。

4.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的硫酸铝铵含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{c(V_0 - V) \times 0.453\ 3}{m \times \frac{25}{250}} \times 100 = \frac{453.3c(V_0 - V)}{m} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中: c——硝酸铅标准滴定溶液的实际浓度,mol/L;

V_0——空白试验溶液消耗的硝酸铅标准滴定溶液的体积,mL;

V——试验溶液消耗的硝酸铅标准滴定溶液的体积,mL;

0.453 3——与 1.00 mL 硝酸铅标准滴定溶液{$c[Pb(NO_3)_2]=1.000$ mol/L}相当的以克表示的硫酸铝铵的质量;

m——试样的质量,g。

4.2.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

4.3 水分的测定

4.3.1 方法提要

在硅胶干燥器内,将试样烘干至质量恒定,然后测定试样减少的质量。

4.3.2 仪器、设备

4.3.2.1 称量瓶:ϕ50 mm×30 mm。

4.3.2.2 试验筛:$R40/3$ 系列 ϕ200 mm×50 mm/355 μm,ϕ200 mm×50 mm/250 μm。

4.3.3 分析步骤

用已质量恒定的称量瓶称量约 1 g 研磨至通过孔径为 250 μm～355 μm 的试验筛的试样(精确至 0.000 2 g),均匀摊开,放入硅胶干燥器内,干燥至质量恒定。

4.3.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的水分含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中: m——试料干燥前的质量,g;

m_1——试样干燥后的质量,g。

4.3.5 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 0.05%。

4.4 水不溶物含量的测定

4.4.1 方法提要

将试样溶于水,用坩埚式过滤器过滤,用水洗涤,使试样的主体与滤渣完全分离,烘干、称量,计算不溶物含量。

4.4.2 仪器、设备

坩埚式过滤器:滤板孔径 5 μm～15 μm。

4.4.3 分析步骤

称取约 20 g 研磨后的试样(精确至 0.01 g),置于 250 mL 烧杯中,加入 150 mL 沸水,搅拌溶解,用经 105℃～110℃烘干至质量恒定的坩埚式过滤器过滤,再用沸水洗涤残渣至滤液不含硫酸根(SO_4^{2-})(用 10 g/L 氯化钡溶液检查)。将坩埚于 105℃～110℃烘干至质量恒定。

4.4.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量(X_3)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \qquad \cdots\cdots(3)$$

式中:m_1——坩埚式过滤器的质量,g;

m_2——干燥后坩埚式过滤器与水不溶物的质量,g;

m——试样质量,g。

4.4.5 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 0.02%。

4.5 砷含量的测定(砷斑法)

称取 1 g 试样(精确至 0.01 g),加少量水溶解。另外移取 2 mL 砷标准溶液(1 mL 溶液含 1 μg As),分别置于测砷装置的锥形瓶中。以下按 GB/T 8450—1987 中 2.4 规定进行测定。

4.6 重金属含量的测定

称取约 5.0 g 研磨后的试样(精确至 0.01 g),置于 100 mL 烧杯中,加水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,干过滤。以下按 GB/T 8451—1987 中第 6 章的规定进行测定。

A 管取 2 mL 铅标准溶液(1 mL 溶液含 0.01 mg Pb),B 管取 20 mL 试验溶液。

4.7 铅含量的测定

称取 1.00 g 试样(精确至 0.01 g),加适量水溶解后作为试验溶液。

用移液管移取 1 mL 铅标准溶液(1 mL 溶液含 0.01 mg Pb)作为标准,以下按 GB/T 8449—1987 中 5.1 进行测定。

4.8 氟含量的测定

称取 2 g 试样(精确至 0.001 g),加少量水溶解。以下按 HG 2927—1989 中 4.5.4 的规定进行测定。

标准比色溶液是取 6 mL 氟化物标准溶液(1 mL 溶液含 0.01 mgF),与试验溶液同时同样处理。

4.9 硒含量的测定

4.9.1 试剂和材料

4.9.1.1 盐酸溶液:$c(HCl)=4$ mol/L。

4.9.1.2 氢氧化铵溶液:1+2。

4.9.1.3 盐酸羟胺。

4.9.1.4 环己烷。

4.9.1.5 硒标准溶液:1 mL 溶液含有 0.001 mgSe。

移取按 GB/T 602 中制备的硒标准溶液 10 mL,用水稀释至 1 000 mL,溶液现用现配。

4.9.1.6 2,3 二氨基萘溶液。

称取 0.100 g 2,3-二氨基萘和 0.500 g 盐酸羟胺,溶解在 100 mL 0.1 mol/L 盐酸溶液中。

4.9.2 分析步骤

4.9.2.1 标准溶液的制备

用移液管移取 6 mL 硒标准溶液,置于 150 mL 烧杯中,加 25 mL 的盐酸溶液。

4.9.2.2 试验溶液的制备

称取 0.2 g 试样(准确至 0.000 2 g),置于 150 mL 烧杯中,加 25 mL 盐酸溶液

4.9.2.3　空白试验溶液的制备

25 mL 盐酸溶液作为空白溶液。

4.9.2.4　测定

向上述三种溶液中分别加入 5 mL 氢氧化铵溶液，然后用氢氧化铵溶液调节溶液的 pH 值到(2.0±0.2)，用水稀释至 60 mL，用 10 mL 水转移至分液漏斗中，加 10 mL 水，加 0.2 g 盐酸羟胺，摇匀至溶解，立刻加 5.0 mL 2,3-二氨基萘溶液。塞上塞子，摇匀，在室温放置 100 min。加 5.0 mL 环己烷，用力摇 2 min，让其分层。去掉水相，离心分离除去痕量水，用 1 cm 吸收池，在 380 nm 下的分光光度计上测定每个萃取液的吸光度，试验溶液的吸光度应不大于标准溶液吸光度。

5　检验规则

5.1　本标准规定的所有项目为出厂检验项目。

5.2　食品添加剂　硫酸铝铵每批产品不超过 60 t。

5.3　按 GB/T 6678—1986 中 6.6 的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自包装袋的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将采得的样品混匀后，按四分法缩分至不少于 500 g，分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶中，密封。瓶上粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、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。

5.4　食品添加剂　硫酸铝铵应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准的规定进行检验，生产厂应保证所有出厂的食品添加剂　硫酸铝铵都符合本标准的要求。

检验结果如有一项指标不符合本标准要求时，应自两倍量的包装中采样重新检验，检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。

6　标志、包装、运输、贮存

6.1　食品添加剂　硫酸铝铵包装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、净含量、批号或生产日期、保存期、生产许可证号、本标准编号及 GB 191 中规定的“怕湿”标志。

6.2　每批出厂的产品都应附质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、商标、“食品添加剂”字样、净含量、批号或生产日期、保存期、生产许可证号、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

6.3　食品添加剂　硫酸铝铵的包装，块状硫酸铝铵采用单层复合编织袋包装；粒状和粉状硫酸铝铵采用双层包装，内包装采用食品用聚乙烯塑料薄膜袋，厚度为 0.06 mm，外包装采用塑料编织袋。

包装时，将内袋折好，与塑料编织袋一起缝合。距袋上端边 15 mm 处来回缝合二道，缝线整齐，针距均匀。单层包装则在距离袋上端边 30 mm 处来回缝合二道，缝线整齐，针距均匀。无漏缝和跳针现象。每袋出厂净含量 50 kg。用户对包装有特殊要求时，可由供需双方协商解决。

6.4　食品添加剂　硫酸铝铵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。

6.5　食品添加剂　硫酸铝铵应贮存在阴凉干燥处，防止雨淋、受潮。不得与有毒有害物品混贮。

6.6　食品添加剂　硫酸铝铵在符合本标准包装、运输和贮存的条件下，自生产之日起保存期为一年。