



中华人民共和国国家标准

GB 25579—2010

食品安全国家标准
食品添加剂 硫酸锌

2010-12-21 发布

2011-02-21 实施

中华人民共和国卫生部发布

前　　言

本标准的附录 A 为规范性附录，附录 B 为资料性附录。

食品安全国家标准

食品添加剂 硫酸锌

1 范围

本标准适用于以硫酸和氧化锌（或氢氧化锌）为原料制得食品添加剂硫酸锌，或由闪锌矿经焙烧后硫酸浸取、精制而得的食品添加剂硫酸锌。

2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

3 分子式和相对分子质量

3.1 分子式

一水硫酸锌：ZnSO₄ • H₂O

七水硫酸锌：ZnSO₄ • 7H₂O

3.2 相对分子质量

一水硫酸锌的相对分子质量：179.49（按2007年国际相对原子质量）

七水硫酸锌的相对分子质量：287.58（按2007年国际相对原子质量）

4 技术要求

4.1 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	白色或无色	取适量试样置于50mL烧杯中，在自然光下观察色泽
组织状态	七水硫酸锌为结晶或颗粒，一水硫酸锌为流动性粉末或者粗粉。	和组织状态。

4.2 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
		一水硫酸锌	七水硫酸锌	
硫酸锌	(以 $\text{ZnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 计), w/%	99.0~100.5	—	附录 A 中 A.4
	(以 $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 计), w/%	—	99.0~108.7	
酸度		通过试验		附录 A 中 A.5
碱金属和碱土金属盐, w/%		0.50		附录 A 中 A.6
镉 (Cd) / (mg/kg)		≤ 2		附录 A 中 A.7
铅 (Pb) / (mg/kg)		≤ 4		附录 A 中 A.8
汞 (Hg) / (mg/kg)		≤ 1		附录 A 中 A.9
硒 (Se) / (mg/kg)		≤ 30		附录 A 中 A.10
砷 (As) / (mg/kg)		≤ 3		附录 A 中 A.11

附录 A
(规范性附录)
检验方法

A.1 警示

本标准的检验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作时须小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。在使用挥发性酸时，需在通风橱中进行。

A.2 一般规定

本标准的检验方法中所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682—2008规定的三级水。试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂和制品，在没有注明其他要求时均按HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3之规定制备。

A.3 鉴别试验

A.3.1 锌离子的鉴别

A.3.1.1 试剂和材料

A.3.1.1.1 三氯甲烷。

A.3.1.1.2 乙酸溶液：1+10。

A.3.1.1.3 硫酸钠溶液：250g/L。

A.3.1.1.4 双硫腙四氯化碳溶液：1+100。

A.3.1.2 分析步骤

称取约0.2g试样，溶于5mL水中，移取1mL试液，用乙酸溶液调节溶液的pH值为4~5，加2滴硫酸钠溶液，再加数滴双硫腙四氯化碳溶液和1mL三氯甲烷，振摇后，有机层显紫红色。

A.3.2 硫酸根的鉴别

A.3.2.1 试剂和材料

A.3.2.1.1 氯化钡溶液：50g/L。

A.3.2.1.2 盐酸溶液：1+1。

A.3.2.2 分析步骤

取约1g试样，溶于水，加入氯化钡溶液，即产生白色沉淀，此白色沉淀不溶于盐酸溶液。

A.4 硫酸锌的测定

A.4.1 方法提要

将硫酸锌用硫酸溶液溶解，加适量水，加入氟化铵溶液、硫脲、抗坏血酸作为掩蔽剂，以乙酸-乙酸钠溶液调节pH为5~6，以二甲酚橙为指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定，至溶液由紫红色变为亮黄色即为终点。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 抗坏血酸。

A.4.2.2 硫脲溶液：200g/L。

A. 4. 2. 3 氟化铵溶液: 200g/L。

A. 4. 2. 4 硫酸溶液: 1+1。

A. 4. 2. 5 乙酸-乙酸钠缓冲溶液: pH≈5.5。

A. 4. 2. 6 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: c (EDTA) = 0.05mol/L。

A. 4.2.7 二甲酚橙指示液: 2g/L, 使用期不超过 1 周。

A. 4. 3 分析步骤

称取约 0.2g 一水硫酸锌或 0.3g 七水硫酸锌试样，精确到 0.0002g，置于 250mL 锥形瓶中，加少量水润湿，滴加 2 滴硫酸溶液使试样溶解，加 50mL 水、10mL 氟化铵溶液、2.5mL 硫脲溶液、0.2g 抗坏血酸，摇匀溶解后加入 15mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液和 3 滴二甲酚橙指示液，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液由红色变为亮黄色即为终点。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. 4 结果计算

硫酸锌含量以硫酸锌 ($\text{ZnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ 或 $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 的质量分数 w_1 计, 数值以%表示, 按公式 (A.1) 计算:

式中：

c—乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

V——滴定所消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 ——空白试验所消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

m—试料质量的数值，单位为克(g)；

M ——硫酸锌的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol），主含量以一水硫酸锌的质量分数计时 $M=179.5$ ，主含量以七水硫酸锌的质量分数计时 $M=287.6$ 。

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%。

A.5 酸度的测定

A. 5. 1 试剂和材料

A. 5. 1. 1 无二氧化碳的水。

A. 5. 1. 2 甲基橙指示液。

A. 5. 2 分析步骤

称取约 1g 试样，溶于 20mL 新配制的无二氧化碳的水中，滴入 3 滴甲基橙指示液后，溶液不得呈现粉红色。

A. 6 碱金属和碱土金属盐的测定

A. 6. 1 试剂和材料

A. 6. 1. 1 氨水。

A. 6. 1. 2 硫化氢，现用现配。

A.6.2 分析步骤

称取约 2g 试样，精确至 0.01g，置于 250mL 容量瓶中，加入 150mL 水溶解，加入 15mL 氨水，摇匀，用水稀释至刻度，摇匀。取出约 150mL 溶液，充分通入硫化氢后静置数分钟，用滤纸干过滤上层清液，弃去少量前滤液，移取 100mL 滤液置于已质量恒定的坩埚中，加 0.5mL 硫酸，蒸发至干，再于 700℃ 下灼烧至质量恒定。

A.6.3 结果计算

碱金属和碱土金属盐含量以质量分数 w_2 计，数值以%表示，按公式（A.2）式计算：

$$w_2 = \frac{m_1}{m \times 100 / 250} \times 100\% \quad (\text{A.2})$$

式中

m_1 ——残渣的质量的数值，单位为克(g)；

m ——试料质量的数值，单位为克(g)。

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 0.01%。

A.7 镉的测定

称取 10.00g±0.01g 试样，置于 150 mL 烧杯中，加 40 mL 水溶解，完全转移至 100mL 容量瓶中，同时制备试剂空白液。以下按 GB/T 5009.15—2003 进行。

A.8 铅的测定

称取 5.00g±0.01g 试样，置于 150 mL 烧杯中，加 20 mL 水溶解，加 1 mL 硝酸溶液(1+1)，在水浴上蒸发至干后用 25mL 水溶解。以下按 GB 5009.12—2010 进行。

A.9 汞的测定

A.9.1 试剂和材料

A.9.1.1 盐酸溶液：1+99。

A.9.1.2 碘溶液：2.5g/L。

A.9.1.3 氯化亚锡盐酸溶液：称取 25g 氯化亚锡溶于 50mL 热的浓盐酸中，冷却后移至 250mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。

A.9.1.4 汞标准溶液贮备液：1mL 溶液含汞(Hg) 0.1mg。

配制：用移液管移取 10mL 按 HG/T 3696.2 配制的汞标准溶液置于 100mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

A.9.1.5 汞标准溶液 1mL 溶液含汞(Hg) 0.001mg。

配制：用移液管移取 1mL 按 HG/T 3696.2 配制的汞标准溶液置于 100mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。此溶液使用时现配。

A.9.2 仪器和设备

测汞仪或原子吸收分光光度计：配有汞空心阴极灯、冷原子蒸气发生装置、消解器。

A.9.3 分析步骤

A. 9. 3. 1 试验溶液的制备

称取 $4.00\text{g} \pm 0.01\text{g}$ 试样，置于 100mL 烧杯中，加水溶解，完全转移至 50mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

A. 9. 3. 2 工作曲线的绘制

取5个50mL容量瓶，按表A.1分别加入汞标准溶液，稀释至刻度，摇匀。

表A.1 汞工作曲线表

分液漏斗编号	1 ^a	2	3	4	5
汞标准溶液体积/mL	0	2.00	4.00	6.00	10.00
工作曲线溶液汞的质量/mg	0	0.002	0.004	0.006	0.010

于253.7nm波长处，将仪器性能调至最佳状态，依次将汞工作曲线的各溶液置于仪器的汞蒸气发生器的还原瓶中，分别加入1 mL氯化亚锡溶液，并立即盖紧还原瓶，通入载气，读取仪器显示的吸收值。从各工作曲线溶液的吸收值减去试剂空白溶液的吸收值，以各溶液中汞的质量（mg）为横坐标，对应的吸收值为纵坐标绘制工作曲线。

A. 9. 3. 3 试样溶液的测定

试验溶液按A.9.3.2中的规定从“加入1 mL氯化亚锡……”开始进行操作，至测定溶液的吸收值。含汞废液参见附录B进行处理。

A. 9. 4 结果计算

汞含量以汞 (Hg) 的质量分数 w_3 计, 数值以 mg/kg 表示, 按公式 (A.3) 计算:

$$w_3 = \frac{m_1}{m \times 10^{-3}} \dots \dots \dots \dots \dots \dots \quad (\text{A.3})$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得试样溶液中汞的质量的数值，单位为毫克（mg）；

m—试料质量的数值，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 0.5 mg/kg。

A. 10 硒的测定

称取 $5.00\text{g} \pm 0.01\text{g}$ 试样，置于 150 mL 烧杯中，加 20 mL 水溶解，加 1 mL 硝酸溶液（ $1+1$ ），在水浴上蒸发至干。以下按 GB/T5009.93—2010 的氢化物原子荧光光谱法进行测定。

A. 11 砷的测定

称取 $1.00\text{g} \pm 0.01\text{g}$ 试样，置于锥形瓶中，用水润湿，用盐酸中和至中性（用 pH 试纸检验），再过量 5mL，摇匀。移取 2.00mL 砷标准溶液（1mL 溶液含有 $1.0 \mu\text{gAs}$ ）作为标准，置于另一只锥形瓶中。各加入 5mL 盐酸溶液（1+3）。然后按照 GB/T 5009.76—2003 中 6.2 或第 11 章进行测定。

二乙氨基二硫代甲酸银比色法为仲裁法。

附录 B
(资料性附录)
含汞废液的处理

将含汞废液收集于约50L的容器中，当废液大约40L时依次加入400g/L氢氧化钠溶液400mL、100g硫化钠($\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}$)，摇匀。10min后缓慢加入30%过氧化氢溶液400mL，充分混合，放置24h后将上部清液排入废水中，沉淀物转入另一容器中，由专人进行汞的回收。
