



中华人民共和国国家标准

GB 14936—2012

食品安全国家标准

硅藻土

2012-05-17 发布

2012-11-17 实施

中华人民共和国卫生部发布

前　　言

本标准代替 GB 14936-1994 《硅藻土卫生标准》。

本标准与 GB 14936-1994 相比，主要变化如下：

——修改了标准名称；

——修改了理化指标；

——增加了附录 A。

食品安全国家标准

硅藻土

1 范围

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、硅藻土助熔焙烧品，作为过滤酒类、饮料、食用油脂、糖类等液体食品的助滤剂。

2 术语和定义

2.1 硅藻土焙烧品

硅藻土经 800 ℃～1200 ℃焙烧而制成。

2.2 硅藻土助熔焙烧品

硅藻土加入少量助熔剂，经 800 ℃～1200 ℃焙烧而制成。

3 技术要求

3.1 原料要求

加工用原材料应符合相关法规和标准要求。

3.2 感官要求

3.2.1 硅藻土焙烧品为粉红色或淡红褐色或淡黄色粉末。

3.2.2 硅藻土助熔焙烧品为白色或淡红褐色粉末。

3.3 理化指标

理化指标应符合表1的规定。

表1 理化指标

项目	指标	检验方法
SiO ₂ 含量 (%)	≥ 75	见本标准第4章
pH	5～11	
水可溶物 (%)	≤ 0.5	
盐酸可溶物 (%)	≤ 3.0	
灼烧失重 (%)	≤ 0.5	
铅(以 Pb 计) / (mg/kg)	≤ 4.0	
砷(以 As 计) / (mg/kg)	≤ 5.0	

3.4 添加剂

添加剂的使用应符合 GB 9685 的规定。

4 检验方法

4.1 抽样方法

按产品数量的 0.1% 抽取检验样；共抽取三批，每批取样不少于 6 份，每份不少于 500g，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 3 个月，备作仲裁分析用。

4.2 感官检查

取适量试样置于 50mL 烧杯中，在自然光下观察色泽和组织状态。

4.3 理化检验

4.3.1 二氧化硅

含量测定见附录 A。

4.3.2 pH 值

4.3.2.1 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 59.1mV 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。

4.3.2.2 仪器

酸度计。

4.3.2.3 样品处理

称取 10.0g 105℃ ±1℃ 干燥 4h 的样品于 250mL 锥形烧杯中，加 100mL 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 100mL 容量瓶中，用少量水洗不溶物 3 次，洗涤液并入容量瓶中，加水稀释至刻线，得到 A 液。

4.3.2.4 操作方法

取 A 液用酸度计测定 pH 值。

4.3.2.5 计算

直接读数。

4.3.3 水可溶物

4.3.3.1 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。

4.3.3.2 仪器

4.3.3.2.1 水浴锅。

4.3.3.2.2 分析天平：感量 0.1mg。

4.3.3.3 操作方法

取 A 液 25.0mL 于 105℃ ±1℃ 下已恒重的蒸发皿中，沸水浴蒸发至干，105℃ ±1℃ 干燥，直至恒重。

4.3.3.4 计算

水可溶物按式（1）进行计算：

$$\text{水可溶物}(\%) = \frac{W_1 - W_0}{m \times \frac{V_1}{V_0}} \times 100 \quad (1)$$

式中：

W_1 ——蒸发皿与残留渣总质量，单位为克（g）；

W_0 ——蒸发皿质量，单位为克（g）；

m ——样品质量，单位为克（g）；

V_1 ——取试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ——样品溶液的总体积，单位为毫升（mL）。

4.3.4 盐酸可溶物

4.3.4.1 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。

4.3.4.2 试剂、仪器

4.3.4.2.1 硫酸溶液：1mol/L 水溶液。

4.3.4.2.2 盐酸溶液：0.5mol/L 水溶液。

4.3.4.2.3 恒温水浴箱。

4.3.4.2.4 分析天平：感量 0.1mg。

4.3.4.3 样品处理

取硅藻土(105℃±1℃，干燥 4h)10.0g，放入 250mL 锥形烧瓶中，加入 50mL 0.5mol/L 盐酸，在 70℃ 水浴中边搅拌边加热 15min，冷却，然后用定量慢速滤纸减压过滤，并用 0.5mol/L 盐酸 3 次洗涤残留物(每次 10mL)，将滤液和洗涤液合并，加水定容至 100mL，本溶液称 B 溶液。

4.3.4.4 操作方法

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

4.3.4.5 计算

盐酸可溶物按式(2)计算：

$$\text{盐酸可溶物}(\%) = \frac{W_1 - W_0}{m \times \frac{V_1}{V_2}} \times 100 \quad (2)$$

式中：

W_1 ——蒸发皿与残渣总质量，单位为克(g)；

W_0 ——蒸发皿质量，单位为克(g)；

m ——样品质量，单位为克(g)；

V_1 ——取试样溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_2 ——样品溶液的总体积，单位为毫升(mL)。

4.3.5 灼烧失重

4.3.5.1 原理

硅藻土经灼烧后，去除水分及有机物质，用重量法测定。

4.3.5.2 仪器

4.3.5.2.1 高温炉。

4.3.5.2.2 分析天平：感量 0.1mg。

4.3.5.3 操作方法

精密称取 1g 在 105℃±1℃ 干燥 4h 后的样品于已在 550℃ 恒重的瓷坩埚中，在 550℃ 灼烧 1.5h，称重，此温度再次灼烧 1h，直至恒重。

4.3.5.4 计算

灼烧失重按式(3)计算：

$$\text{灼烧失重}(\%) = \frac{W_1 - W_2}{W_1 - W_0} \times 100 \quad (3)$$

式中：

W_0 ——坩埚质量，单位为克(g)；

W_1 ——灼烧前坩埚与样品质量，单位为克(g)；

W_2 ——灼烧后坩埚与残渣总质量，单位为克(g)。

4.3.6 铅

取 B 液 10.0mL, 按 GB/T 5009.75 操作。

4.3.7 砷

取 B 液 10.0mL, 按 GB/T 5009.76 操作。

5 其他

5.1 在产品或最小销售包装上应标识“食品接触用”。

5.2 在产品或最小销售包装上应标识产品的材质。

附录 A

二氧化硅含量测定方法

A. 1 氟硅酸钾容量法(甲法)

A. 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。

A. 1. 2 试剂

A. 1. 2. 1 氟硼酸

A. 1. 2. 2 氢氟酸—氯化钾饱和溶液

将大约 100g 氯化钾加入 250mL 氢氟酸中, 使之过饱和, 放置过夜。

A. 1. 2. 3 氯化钾—乙醇溶液

将大约 20g 氯化钾加入到 200mL 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。

A. 1. 2. 4 甲基红指示剂

0.2% 乙醇溶液。

A. 1. 2. 5 溴麝香草酚蓝指示剂

0.1% 乙醇溶液。

A. 1. 2. 6 酚酞指示剂

1% 乙醇溶液。

A. 1. 2. 7 0.5mol/L 氢氧化钠标准溶液

A. 1. 2. 7. 1 配制

称取 20g 氢氧化钠溶于 1000mL 新煮沸冷却后的水中, 贮存于塑料瓶中。

A. 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 3g 于烧杯中, 加 50mL 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, 0.5min 不退色。

A. 1. 2. 7. 3 空白实验

样品测定时, 同时做空白试验。

A. 1. 2. 7. 4 计算

氢氧化钠标准溶液浓度按式(A.1)计算:

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

式中:

c——氢氧化钠标准溶液的浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L) ;

m——邻苯二甲酸氢钾的质量, 单位为克 (g) ;

V_1 ——氢氧化钠标准溶液的用量, 单位为毫升 (mL) ;

V_0 ——空白试验中氢氧化钠标准溶液的用量, 单位为毫升 (mL) ;

204.2——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol) ;

1000——单位换算。

A. 1. 3 仪器

A. 1. 3. 1 聚四氟乙烯坩埚, 30mL。

A. 1. 3. 2 塑料烧杯, 250mL。

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

式中：

X——二氧化硅含量，单位为克每百克 (g/100g)；

W_0 ——坩埚质量，单位为克(g)；

W_1 ——HF处理前坩埚与样品总质量，单位为克(g)；

W_2 ——HF处理后坩埚与样品总质量，单位为克(g)。