



中华人民共和国国家标准

GB 1888—2014

食品安全国家标准 食品添加剂 碳酸氢铵

2014-04-29 发布

2014-11-01 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 1888—2008《食品添加剂 碳酸氢铵》。

本标准与 GB 1888—2008 相比,主要变化如下:

- 修改了总碱量指标要求;
- 删除了重金属含量指标要求及检验方法;
- 增加了铅含量和磺酸盐含量指标要求及检验方法。

食品安全国家标准

食品添加剂 碳酸氢铵

1 范围

本标准适用于以合成氨工艺生产的氨水经吸收二氧化碳制得食品添加剂碳酸氢铵。
本标准不适用于三聚氰胺联产的碳酸氢铵。

2 分子式和相对分子质量

2.1 化学名称

碳酸氢铵。

2.2 分子式

NH_4HCO_3 。

2.3 相对分子质量

79.06(按 2011 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	白色	取适量试样置于 50 mL 烧杯中,在自然光下观察色泽和状态。用手轻轻地扇动,使少量的气体飘入鼻孔嗅闻气味
气味	轻微的氨味	
状态	结晶状粉末或颗粒	

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
总碱量(以 NH_4HCO_3 计)(质量分数)/%	99.0~100.5	附录 A 中 A.4
氯化物(以 Cl^- 计)(质量分数)/% \leq	0.003	A.5
硫的化合物(以 SO_4^{2-} 计)(质量分数)/% \leq	0.007	A.6
不挥发物(质量分数)/% \leq	0.05 ^a	A.7
无机砷(以 As 计)/(mg/kg) \leq	2	A.8
铅(Pb)/(mg/kg) \leq	2	A.9
磺酸盐(以十二烷基苯磺酸钠计)/(mg/kg) \leq	10	A.10
^a 添加防结块剂产品的不挥发物指标为不大于 0.55%。		

附 录 A

检验方法

A.1 警示

本检验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,操作者应小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。使用易燃品时,严禁使用明火加热。

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 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、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。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 盐酸溶液:1+1。

A.3.1.2 氢氧化钠溶液:40 g/L。

A.3.1.3 氢氧化钙溶液:3 g/L,称取 3 g 氢氧化钙,置于试剂瓶中,加 1 000 mL 水,盖上瓶塞,用力振摇后,放置 1 h。用时取上层清液。

A.3.1.4 红色石蕊试纸。

A.3.2 鉴别方法

A.3.2.1 碳酸氢盐的鉴别

试样中加入盐酸溶液即产生气体。此气体通入氢氧化钙溶液中先生成白色沉淀,继续通气变成清液。

A.3.2.2 铵的鉴别

试样中加入氢氧化钠溶液,释放出有刺激味的气体,该气体可使湿润的红色石蕊试纸变蓝。

A.4 总碱量(以 NH_4HCO_3 计)的测定

A.4.1 方法提要

试样中加入过量硫酸标准滴定溶液,在指示剂存在下,用氢氧化钠标准滴定溶液返滴定。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 硫酸标准滴定溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.5\text{ mol/L}$ 。

A.4.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) = 0.5 \text{ mol/L}$ 。

A.4.2.3 甲基红-亚甲基蓝混合指示液: 称取 0.1 g 甲基红溶于 50 mL 95% 乙醇中, 再加入 0.05 g 亚甲基蓝, 溶解后用 95% 乙醇稀释至 100 mL, 混匀。

A.4.3 分析步骤

用称量瓶迅速称取约 1 g 试样, 精确至 0.000 2 g。立即用水洗入预先盛有 50.00 mL 硫酸标准滴定溶液的 250 mL 锥形瓶中, 摇动锥形瓶使试样反应完全。加热煮沸赶出二氧化碳, 冷却后加入 3~4 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液, 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈灰色即为终点。

A.4.4 结果计算

总碱量[以碳酸氢铵(NH_4HCO_3)计]的质量分数 w_1 按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_1 \times c_1 - V_2 \times c_2) \times M}{m \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

- V_1 ——加入硫酸标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);
- c_1 ——硫酸标准滴定溶液的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);
- V_2 ——滴定所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);
- c_2 ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);
- M ——碳酸氢铵的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{NH}_4\text{HCO}_3) = 79.06$];
- m ——试样的质量, 单位为克(g);
- 1 000——换算因子。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

A.5 氯化物(以 Cl^- 计)的测定

A.5.1 方法提要

在酸性介质中加入硝酸银溶液, 与氯离子生成白色氯化银悬浮液, 与标准比浊溶液比较。

A.5.2 试剂和材料

- A.5.2.1 30%过氧化氢。
- A.5.2.2 硝酸溶液: 1+5。
- A.5.2.3 硝酸银溶液: 17 g/L。
- A.5.2.4 碳酸钠溶液: 25 g/L。
- A.5.2.5 氯化物标准溶液: 1 mL 溶液含氯(Cl^-) 0.1 mg。

A.5.3 仪器和设备

- A.5.3.1 瓷蒸发皿: 100 mL。
- A.5.3.2 高温炉: 温度能控制为 $575 \text{ }^\circ\text{C} \pm 25 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

A.5.4 分析步骤

称取 $2.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样, 置于瓷蒸发皿中, 加 30 mL 水溶解, 加 0.4 mL 碳酸钠溶液和 1 mL 30%

过氧化氢,缓慢蒸发至干。置于 $575\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 高温炉中,灼烧 40 min,冷却。用 30 mL 水将残渣溶解并转移至 50 mL 的比色管中,必要时过滤。调整溶液体积约 40 mL,加入 5 mL 硝酸溶液和 1 mL 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 5 min 后进行比浊。其浊度不应超过标准比浊溶液产生的浊度。

标准比浊溶液:取 0.6 mL 氯化物标准溶液,置于瓷蒸发皿中,以下从“加 0.4 mL 碳酸钠溶液和 1 mL 30%过氧化氢……”开始,与试样同时同样处理。

A.6 硫的化合物(以 SO_4^{2-} 计)的测定

A.6.1 方法提要

在试样中加入过氧化氢,使试样中的各种含硫离子转变为硫酸根离子,在酸性介质中钡离子与硫酸根离子生成白色硫酸钡悬浮微粒,与标准比浊溶液比较。

A.6.2 试剂和材料

A.6.2.1 30%过氧化氢。

A.6.2.2 盐酸溶液:1+1。

A.6.2.3 碳酸钠溶液:25 g/L。

A.6.2.4 氯化钡溶液:50 g/L。

A.6.2.5 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硫酸根(SO_4^{2-})0.1 mg。

A.6.3 仪器和设备

A.6.3.1 瓷蒸发皿:100 mL。

A.6.3.2 高温炉:温度能控制为 $575\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A.6.4 分析步骤

称取 $4.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于瓷蒸发皿中,加 40 mL 水溶解。加 0.4 mL 碳酸钠溶液和 1 mL 30%的过氧化氢,缓慢蒸发至干。置于 $575\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 高温炉中,灼烧 40 min,冷却。用 30 mL 水将残渣溶解并转移至 50 mL 的比色管中,必要时过滤。调整溶液体积约 40 mL,加入 0.5 mL 盐酸溶液和 5 mL 氯化钡溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 10 min 后进行比浊。其浊度不应超过标准比浊溶液产生的浊度。

标准比浊溶液:取 2.8 mL 硫酸盐标准溶液,置于 50 mL 比色管中,以下从“调整溶液体积约 40 mL……”开始,与试样同时同样处理。

A.7 不挥发物的测定

A.7.1 方法提要

试样置于蒸发皿中,于蒸气浴上蒸发至干,于电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定后称量不挥发物质量。

A.7.2 仪器和设备

A.7.2.1 瓷蒸发皿:50 mL。

A.7.2.2 电热恒温干燥箱:温度能控制为 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 110\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A.7.3 分析步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于预先于 105 ℃~110 ℃下干燥至质量恒定的瓷蒸发皿中,加 20 mL 水,在蒸气浴上蒸发至干。置于电热恒温干燥箱中,于 105 ℃~110 ℃下干燥至质量恒定。

A.7.4 结果计算

不挥发物含量的质量分数 w_2 按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

m_1 ——干燥后不挥发物和蒸发皿的质量,单位为克(g);

m_2 ——蒸发皿的质量,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.005%。

A.8 无机砷(以 As 计)的测定

称取 1.00 g±0.01 g 试样,置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 水,缓慢加热煮沸,赶尽二氧化碳和氨,冷却至室温,加入 10 mL 盐酸,作为试样溶液,以下按 GB 5009.11 或 GB 5009.76 进行测定。

A.9 铅(Pb)的测定

称取 20.00 g±0.01 g 试样,置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水,缓慢加热煮沸,赶尽二氧化碳和氨。加 2 mL 盐酸溶液(1+1),加热煮沸 5 min,冷却,全部移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,作为试样溶液,以下按 GB 5009.12 进行测定。

A.10 磺酸盐(以十二烷基苯磺酸钠计)的测定

A.10.1 方法提要

磺酸盐在水溶液中与亚甲基蓝染料形成蓝色的离子化合物,用 1,2-二氯乙烷萃取至有机相,在分光光度计最大吸收波长 650 nm 处测定有机相吸光度。

A.10.2 试剂和材料

A.10.2.1 1,2-二氯乙烷。

A.10.2.2 阴离子表面活性剂溶液标准物质(以十二烷基苯磺酸钠计)[$c=1\ 000\ \mu\text{g/mL}$]。

A.10.2.3 十二烷基苯磺酸钠标准使用溶液:1 mL 溶液含十二烷基苯磺酸钠 10 μg ,用移液管移取 10.00 mL 阴离子表面活性剂溶液标准物质(A.10.2.2),置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

A.10.2.4 亚甲基蓝溶液:称取 0.03 g 亚甲基蓝,置于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 水,6.8 mL 硫酸,50 g 二水合磷酸二氢钠,用水溶解后转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

A.10.2.5 洗涤液:称取 50 g 二水合磷酸二氢钠,置于 500 mL 烧杯中,加水溶解,缓慢加入 6.8 mL 硫

酸,用水稀释至 1 000 mL。

A.10.3 仪器和设备

A.10.3.1 分液漏斗:150 mL。

A.10.3.2 分光光度计:配有 3 cm 比色皿。

A.10.4 分析步骤

A.10.4.1 工作曲线的绘制

在一系列分液漏斗中用移液管移取 25 mL 水,再用移液管分别加入 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL 十二烷基苯磺酸钠标准使用溶液(A.10.2.3),加 10 mL 亚甲基蓝溶液,25 mL 1,2-二氯乙烷,振荡 2 min,静置分层。将下层有机相放入另一分液漏斗中,加 50 mL 洗涤液,振荡 2 min,静置分层,分出有机相,再用 100 mL 洗涤液分两次洗涤。用条状滤纸吸干分液漏斗管颈内的水珠(或在漏斗颈管内塞入少许洁净的玻璃棉滤除水珠),将 1,2-二氯乙烷层缓缓放入 3 cm 比色皿中,于 650 nm 波长,以 1,2-二氯乙烷调零,使用分光光度计测量吸光度。

从每个标准溶液的吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度,以十二烷基苯磺酸钠的质量(mg)为横坐标,以吸光度值为纵坐标绘制工作曲线。

A.10.4.2 测定

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于 200 mL 烧杯中,用水溶解,转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 25 mL 试样溶液,置于分液漏斗中,以下按 A.10.4.1 工作曲线的绘制,从“加 10 mL 亚甲基蓝溶液……”开始进行操作。同时进行空白试验。

用试样溶液的吸光度减去空白试样溶液的吸光度,从工作曲线上查出试样溶液中十二烷基苯磺酸钠的质量。

A.10.5 结果计算

磺酸盐含量(以十二烷基苯磺酸钠计)的质量分数 w_3 以毫克每千克(mg/kg)计,按式(A.3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 \times 1\,000 \times 250}{m \times 25} \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试样溶液中十二烷基苯磺酸钠的质量,单位为毫克(mg);

1 000 ——换算因子;

250 ——容量瓶的容积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g);

25 ——移取试样溶液的体积,单位为毫升(mL)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 1 mg/kg。