



中华人民共和国国家标准

GB 31632—2014

食品安全国家标准

食品添加剂 镍

2015-01-28 发布

2015-07-28 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

食品安全国家标准

食品添加剂 镍

1 范围

本标准适用于食品添加剂镍。食品添加剂镍分为海绵镍和负载型镍,海绵镍是以镍、铝合金粉为主要原料,经混合、研磨、活化、洗涤制得;负载型镍是以二氧化硅等为载体,以镍盐为活性中心,经洗涤、干燥、活化、成型制得。

2 化学名称、分子式和相对分子质量

2.1 化学名称

镍

2.2 分子式

Ni

2.3 相对分子质量

58.69(按 2011 年国际相对原子质量)

3 分类

食品添加剂镍根据用途的不同分为两类:海绵镍,多用于胺和多元醇的催化加氢;负载型镍,多用于食用油的催化加氢。

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	
	海 绵 镍	负 载 型 镍
色 泽	灰黑色、黑色	黑 色
状 态	颗 粒 状	颗 粒 状
检 验 方 法	取适量试样置于已有 25 mL 水的 50 mL 烧杯中,在自然光下观察色泽和状态	取适量试样置于 50 mL 烧杯中,在自然光下观察色泽和状态

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
	海 绵 镍	负 载 型 镍	
镍(Ni)含量(以干基计, w)/%	≥ 83.0	—	附录 A 中 A.4.1
镍(Ni)含量(w)/%	—	10.0~30.0	A.4.2

附录 A

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,操作时应采取适当的安全和防护措施。

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。试验中所用制剂及制品,在没有注明其他要求时均按 GB/T 603 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。

A.3.1.2 溴水。

A.3.1.3 氨水。

A.3.1.4 丁二酮肟乙醇溶液:10 g/L,称取 1 g 丁二酮肟,溶解于 100 mL 的 95% 乙醇中。

A.3.2 鉴别方法

A.3.2.1 海绵镍

称取约 0.1 g 试样溶于约 2 mL 盐酸中,用水稀释至 20 mL。取 5 mL 试液于比色管中,加几滴溴水,用氨水调至微碱性,加入 2 mL~3 mL 的丁二酮肟乙醇溶液,产生强烈的红色,并有沉淀产生。

A.3.2.2 负载型镍

取 5 mL 试样溶液(A.4.2.4.1)置于试管中,加几滴溴水,用氨水调至微碱性,加入 2 mL~3 mL 的丁二酮肟乙醇溶液,产生强烈的红色,并有沉淀产生。

A.4 镍(Ni)含量的测定

A.4.1 方法——适用于海绵镍

A.4.1.1 方法提要

试样加酸溶解,在氨性介质中,镍与丁二酮肟乙醇溶液生成红色丁二酮肟镍的沉淀,然后洗净沉淀烘干称重。

A.4.1.2 试剂和材料

A.4.1.2.1 无水乙醇。

A.4.1.2.2 酒石酸。

A.4.1.2.3 氨水。

A.4.1.2.4 氮气。

A.4.1.2.5 盐酸溶液:1+1。

A.4.1.2.6 丁二酮肟乙醇溶液: 10 g/L, 称取 1 g 丁二酮肟, 溶解于 100 mL 的 95% 乙醇中。

A.4.1.2.7 硝酸银溶液: 17 g/L。

A.4.1.3 仪器和设备

A.4.1.3.1 电热恒温水浴。

A.4.1.3.2 玻璃砂坩埚:滤板孔径 $5\text{ }\mu\text{m}\sim15\text{ }\mu\text{m}$ 。

A.4.1.3.3 电热恒温干燥箱: $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A.4.1.4 分析步骤

A.4.1.4.1 干燥试样的制备

称取约 5 g 湿试样, 置于 20 mL 烧杯中, 加 10 mL 无水乙醇, 摆动烧杯, 静置, 待乙醇澄清后倾去, 重复以上步骤 5 次。将试样转移至预先于 100 ℃ ~ 105 ℃ 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定的 30 mL 的圆底烧瓶中, 在约 60 ℃ 电热恒温水浴上真空加热干燥 5 h, 用氮气将烧瓶恢复到常压并冷却至室温, 称量烧瓶和干燥试样的质量。

警示：海绵镍干燥时易自燃，处理时应小心谨慎。

A.4.1.4.2 试样溶液的制备

在 200 mL 烧杯中加入 30 mL 水,加入上述干燥试样,用 50 mL 的盐酸溶液冲洗烧瓶,洗液并入烧杯,缓慢加热烧杯使试样溶解,然后冷却至室温,用中速滤纸过滤溶液至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,得到试样溶液。

A.4.1.4.3 测定

移取 5 mL 试样溶液置 200 mL 烧杯中, 加 2 g 酒石酸和 100 mL 水, 加热到约 80 ℃, 加 30 mL 的丁二酮肟乙醇溶液, 加氨水至溶液呈微碱性, 将此混合物置于蒸汽浴上加热 20 min, 用预先于 120 ℃ ± 2 ℃ 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤, 用热水洗涤至滤液中不含氯离子(用硝酸银溶液检验), 将玻璃砂坩埚置于 120 ℃ ± 2 ℃ 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

A.4.1.5 结果计算

海绵镍(Ni)含量的质量分数 w_1 按式(A.1)计算:

式中：

m_3 ——玻璃砂坩埚和沉淀物质量,单位为克(g);

m_2 ——玻璃砂坩埚的质量,单位为克(g);

250 ——试样溶液的总体积,单位为毫升(mL);

0.203 2——丁二酮肟镍换算成镍的系数；

m_1 ——烧瓶和干燥试样的质量,单位为克(g);

m_0 ——烧瓶的质量,单位为克(g);

5 ——分取试样溶液的体积,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0.3%。

A.4.2 方法二——适用于负载型镍

A.4.2.1 方法提要

试样经灰化后加酸溶解，在氨性介质中，镍与丁二酮肟乙醇溶液生成红色丁二酮肟镍的沉淀，然后洗净沉淀烘干称重。

A.4.2.2 试剂和材料

- A.4.2.2.1 酒石酸。
 - A.4.2.2.2 氨水。
 - A.4.2.2.3 盐酸。
 - A.4.2.2.4 丁二酮肟乙醇溶液:10 g/L,称取 1 g 丁二酮肟,溶解于 100 mL 的 95% 乙醇中。
 - A.4.2.2.5 硝酸银溶液:17 g/L。

A.4.2.3 仪器和设备

- A.4.2.3.1 电热恒温水浴。
 - A.4.2.3.2 玻璃砂坩埚:滤板孔径 $5 \mu\text{m} \sim 15 \mu\text{m}$ 。
 - A.4.2.3.3 高温炉: $650^\circ\text{C} \pm 20^\circ\text{C}$ 。
 - A.4.2.3.4 电热恒温干燥箱: $120^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 。

A.4.2.4 分析步骤

A.4.2.4.1 试样溶液的制备

在 100 mL 瓷坩埚中放入一半无灰滤纸的纸浆。称取约 2 g 试样，精确至 0.000 2 g，放于纸浆上部。置于电炉上缓慢升温，使硬脂酸酯缓慢地融入纸浆，使有机物质缓慢燃烧、炭化，再将瓷坩埚放入高温炉中，在 $650^{\circ}\text{C} \pm 20^{\circ}\text{C}$ 下继续加热 2 h，至碳化完全，冷却，加 20 mL 盐酸，全部移入 200 mL 烧杯中，在蒸汽浴上小心蒸发至干，冷却，加 20 mL 盐酸，温热助溶（试样中含有硅不能完全溶解），移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度摇匀。

A.4.2.4.2 测定

用中速滤纸干过滤,移取 50 mL 滤液置于 500 mL 烧杯中,用水稀释至 250 mL,按照上述海绵镍的分析步骤 A.4.1.4.3 从“加 2 g 酒石酸和 100 mL 水……”开始进行操作。

A.4.2.5 结果计算

负载型镍(Ni)含量的质量分数 w_2 按式(A.2)计算:

式中：

m_1 ——玻璃砂坩埚和沉淀物的质量,单位为克(g);

m_0 ——玻璃砂坩埚的质量,单位为克(g);

500 ——试样溶液的总体积,单位为毫升(mL);

0.203 2——丁二酮肟镍换算成镍的系数；

m ——试样的质量，单位为克(g)；

50 ——分取试样溶液的体积，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 0.3%。
