



中华人民共和国国家标准

GB 25590—2010

食品安全国家标准
食品添加剂 亚硫酸氢钠

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。

食品安全国家标准

食品添加剂 亚硫酸氢钠

1 范围

本标准适用于工业碳酸钠吸收以硫磺产生的二氧化硫而生产的食品添加剂亚硫酸氢钠。

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 分子式和相对分子量

3.1 分子式

NaHSO_3

3.2 相对分子质量

104.06（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	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。
组织状态	晶体粉末或颗粒	

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
主含量（以 SO_2 计），w/%	58.5~67.4	附录 A 中 A.4
水不溶物，w/%	≤ 0.01	附录 A 中 A.5
铁（Fe）/（mg/kg）	≤ 50	附录 A 中 A.6
砷（As）/（mg/kg）	≤ 2	附录 A 中 A.7
重金属（以 Pb 计）/（mg/kg）	≤ 5	附录 A 中 A.8
铅（Pb）/（mg/kg）	≤ 2	附录 A 中 A.9
硒（Se）/（mg/kg）	≤ 5	附录 A 中 A.10

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，操作者须小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。使用易燃品时，严禁使用明火加热。

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HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3的规定制备。

A.3 鉴别试验

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 盐酸。

A.3.1.2 盐酸溶液：1+3。

A.3.1.3 碘化钾溶液：360 g/L。

A.3.1.4 碘溶液：取1.4 g碘，置于10 mL碘化钾溶液中，加两滴盐酸，加水溶解，稀释至100 mL，贮存于棕色瓶中避光保存。

A.3.1.5 硝酸亚汞溶液：取15 g硝酸亚汞，加90 mL水、10 mL硝酸溶液（1+9）溶解后，加一滴汞，避光密封保存待用。

A.3.2 分析步骤

A.3.2.1 亚硫酸盐的鉴别

试样的水溶液加入碘溶液后黄色即褪。

试样的水溶液滴入盐酸溶液后即有二氧化硫气体逸出，以硝酸亚汞溶液浸润的试纸检验，显黑色。

A.3.2.2 钠离子的鉴别

用盐酸浸润的铂丝先无色火焰上燃烧至无色。再蘸取少许试样溶液，在无色火焰上燃烧，火焰即呈亮黄色。

A.4 主含量（以SO₂计）的测定

A.4.1 方法提要

在弱酸性溶液中，用碘将亚硫酸盐氧化成硫酸盐。以淀粉为指示剂，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定过量的碘。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 乙酸溶液：1+3。

A.4.2.2 碘标准溶液： $c(1/2I_2) = 0.1\text{mol/L}$ 。

A.4.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1\text{mol/L}$ 。

A.4.2.4 淀粉指示液：5g/L。

A.4.3 分析步骤

迅速称取约 0.2g 试样，精确至 0.000 2g。置于预先用移液管加入 50mL 碘标准溶液及 30mL~50mL 水的 250mL 碘量瓶中，加入 5mL 乙酸溶液，立即盖上瓶塞，水封，缓缓摇动溶解后，置于暗处放置 5min。以硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定，近终点时加入约 3mL 淀粉指示液，继续滴定至蓝色消失即为终点。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

主含量以二氧化硫（SO₂）的质量分数 w_1 计，数值以%表示，按公式（A.1）计算：

$$w_1 = \frac{[(V_0 - V_1)/1000]cM}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_1 ——滴定试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

m ——试料质量的数值，单位为克(g)；

M ——二氧化硫(1/2SO₂)的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M=32.03$)。

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 水不溶物的测定

A.5.1 仪器和设备

A.5.1.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径5 μ m~15 μ m。

A.5.1.2 电热干燥箱：温度能控制在105 $^{\circ}$ C \pm 2 $^{\circ}$ C。

A.5.2 分析步骤

称取约20g试样，精确至0.01g。置于400mL烧杯中，用约100mL水溶解。用已于105 $^{\circ}$ C \pm 2 $^{\circ}$ C干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤，用60 $^{\circ}$ C~80 $^{\circ}$ C的水洗涤残渣4次~5次，每次用约30mL水。将玻璃砂坩埚和残渣于105 $^{\circ}$ C \pm 2 $^{\circ}$ C下干燥至质量恒定。

A.5.3 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_2 计，数值以%表示，按公式（A.2）计算：

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

式中：

m_1 ——玻璃砂坩埚的质量的数值，单位为克(g)；

m_2 ——水不溶物和玻璃砂坩埚的质量的数值，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0.005%。

A.6 铁的测定

A.6.1 试剂和材料

同GB/T 3049—2006的第4章。

A.6.2 仪器和设备

同GB/T 3049—2006的第5章。

A.6.3 分析步骤

A.6.3.1 工作曲线的绘制

按GB/T 3049—2006中6.3的规定，使用光程4cm或5cm的吸收池及相应的铁标准溶液用量，绘制工作曲线。

A.6.3.2 试验溶液的制备

称取约5g试样，精确至0.01g。置于250mL高型烧杯中，用少量水溶解，加25mL盐酸溶液，在沸水浴蒸干。用水溶解残渣，全部移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A.6.3.3 空白试验溶液的制备

在250mL高型烧杯中，加少量的水，再加25mL盐酸，在沸水浴中蒸干，用水溶解残渣，冷却后全部移入100mL容量瓶中。

A.6.3.4 测定

试验溶液和空白试验溶液分别按GB/T 3049—2006的6.4，从“必要时，加水至60mL”开始进行操作。空白试验除不加试样外，其他操作及加入试剂的种类和量与测定试样相同。

A.6.4 结果计算

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

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m \times 10^{-3}} \dots\dots\dots(A.3)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中铁的质量的数值，单位为毫克(mg)；

m_2 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中铁的质量的数值，单位为毫克(mg)；

m ——试样质量的数值，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1mg/kg。

A.7 砷的测定

称取 1g 试样，精确至 0.01g，用于二乙氨基二硫代甲酸银比色法测定，或称取 1.00g±0.01g 试样，用于砷斑法测定。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 1.0 μg 砷(As)]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。

A.8 重金属(以Pb计)的测定

称取2.00g±0.01g试样，置于100 mL烧杯中，加5 mL水溶解，加2 mL盐酸，在水浴上蒸发至干。加5 mL水、1 mL盐酸，再在水浴上蒸发至干。加0.5 mL冰乙酸溶液、20 mL水溶解残渣，加入1滴酚酞指示液，以氨水(1+1)调至粉红色，以下按GB/T 5009.74—2003的第6章进行测定。

标准比色溶液是用移液管移取 1mL 铅标准溶液[1 mL 溶液含 0.010mg 铅(Pb)]，置于 50 mL 纳氏比色管中，加 0.5 mL 冰乙酸溶液、20 mL 水，加入 1 滴酚酞指示液，以氨水(1+1)调至粉红色，以下按 GB/T 5009.74—2003 的第 6 章进行测定。

A.9 铅的测定

称取 $5.00\text{g} \pm 0.01\text{g}$ 试样用于限量试验；或称取 5g 试样，精确至 0.01g，用于定量测定。将试样置于 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/T 5009.75—2003 的第 6 章进行测定。

定量测定为仲裁法。

A.10 硒的测定

称取 5.00g 试样，精确至 0.01g，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 5009.93—2010 中的氢化物原子荧光光谱法进行测定。
