



中华人民共和国国家标准

GB 25576—2010

食品安全国家标准
食品添加剂 二氧化硅

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 二氧化硅

1 范围

本标准适用于气相法（氯硅烷在氧氢焰中水解）和沉淀法（包括凝胶法，由硅酸钠溶液与酸反应生产的）制得的食物添加剂二氧化硅。

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



3.2 相对分子质量

60.08（按 2007 年国际相对原子质量）

4 分类

食物添加剂二氧化硅按生产工艺和产品形态分为以下三类：

I类：气相二氧化硅。

II类：水合硅胶。

III类：沉淀二氧化硅、硅胶。

5 技术要求

5.1 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
	I类	II类	III类	
色泽	白色	白色或无色透明	白色或无色透明	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	均匀粉末	无定型颗粒	均匀粉末或颗粒	

5.2 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
	I类	II类	III类	
二氧化硅（灼烧后），w/% \geq	99.3	99.0	96.0	附录 A 中 A.4
干燥减量，w/% \leq	2.5	70	5	附录 A 中 A.5
灼烧减量（以干基计），w/% \leq	2.0	8.5	8.5	附录 A 中 A.6
铅（Pb）/(mg/kg) \leq	5			附录 A 中 A.7

表 2 (续)

重金属(以 Pb 计)/(mg/kg) ≤	30			附录 A 中 A.8
砷(As)/(mg/kg) ≤	3			附录 A 中 A.9
可溶性解离盐, w/% ≤	—	1	4	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的部分试剂具有毒性、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。

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 3696.2、HG/T 3696.3 之规定制备。

A.3 鉴别试验

A.3.1 试剂和材料

钼酸铵溶液：溶解 6.5 g 钼酸铵粉末于 14 mL 水和 14.5 mL 氨水混合液中，冷却，搅拌下缓慢加入到预先冷却的 32 mL 硝酸与 40 mL 水的混合液中，放置 48 h。抽滤，滤液保存于暗处。该溶液久置会变质失效，当加入 2 mL 磷酸钠于 5 mL 上述溶液不立刻产生大量黄色沉淀时，该溶液失效。

A.3.2 硅鉴别方法

A.3.2.1 称取约 5 mg 试样于铂坩埚中，加入 200 mg 无水碳酸钾混合，在红热中灼烧约 10 min，冷却，加 2 mL 水溶解。如有必要可加温，然后缓慢加入 2 mL 钼酸铵溶液，应有深黄色产生。

A.3.2.2 将 1 滴 A.3.2.1 溶解后的试样滴到滤纸上，蒸发此溶液，加入一滴邻联苯胺的冰乙酸饱和溶液，然后将试纸放在浓氨水上，应有绿色斑出现。

A.4 二氧化硅的测定

A.4.1 方法提要

试样经 $950^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1h 后，用过量氢氟酸加热分解二氧化硅，反应生成的氟硅酸逸出。灼烧后称量，损失的质量即为二氧化硅含量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 氢氟酸。

A.4.2.2 硫酸。

A.4.2.3 乙醇。

A.4.3 仪器和设备

A.4.3.1 铂坩埚：50 mL。

A.4.3.2 高温炉：可控温 $950^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 。

A.4.4 分析步骤

用已于 $950^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 灼烧至质量恒定的铂坩埚称取约 1 g 试料 B (A.6.2)，精确至 0.0002 g。用 2mL

乙醇润湿试样，加入（5~6）滴硫酸，加入 10 mL 氢氟酸淹没试料。置于电炉上蒸发至刚出现大量白色烟雾后，冷却，再加入 5 mL 氢氟酸，小心回荡铂坩埚以冲洗内壁，再蒸发至干。于 $950^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 灼烧至质量恒定。

A. 4. 5 结果计算

二氧化硅含量以二氧化硅（ SiO_2 ）的质量分数 w_1 计，数值以%表示，按公式（A.1）计算：

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中：

m_1 ——试料和铂坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——氢氟酸处理后残渣和铂坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m_0 ——铂坩埚的质量数值，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 0.2%。

A. 5 干燥减量的测定

A. 5. 1 仪器和设备

A. 5. 1. 1 电热恒温干燥箱：可控温度 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

A. 5. 1. 2 称量瓶： $\phi 40\text{mm} \times 25\text{mm}$ 。

A. 5. 2 分析步骤

用预先于 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的称量瓶称取 2 g~3 g 试样（II类称取 8 g~10 g），精确至 0.0002 g。移入电热恒温干燥箱中，在 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定。保留此干燥过的试料为试料 A，供 A.6 测定灼烧减量时使用。

A. 5. 3 结果计算

干燥减量以质量分数 w_2 计，数值以%表示，按公式（A.2）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

式中：

m_1 ——干燥前试料和称量瓶的质量数值，单位为克（g）；

m_2 ——干燥后试料和称量瓶的质量数值，单位为克（g）；

m_0 ——称量瓶的质量数值，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 0.2%。

A. 6 灼烧减量的测定

A. 6. 1 仪器和设备

A. 6. 1. 1 高温炉：可控温度 $950^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 。

A. 6. 1. 2 瓷坩埚：50mL。

A. 6. 2 分析步骤

称取 1 g~2 g 试料 A（A.5.2），精确至 0.000 2g，置于预先于 $950^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 下灼烧至质量恒定的瓷坩埚中，于 $950^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 灼烧 2 h。取出，于干燥器中冷却，称量。保留此灼烧过的试料为试料 B，供 A.4

测定二氧化硅含量时使用。

A.6.3 结果计算

灼烧减量以质量百分数 w_3 计，数值以%表示，按公式 (A.3) 计算：

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

m_1 ——灼烧前试料和瓷坩埚的质量的数值，单位为克 (g)；

m_2 ——灼烧后试料和瓷坩埚的质量的数值，单位为克 (g)；

m_0 ——瓷坩埚的质量的数值，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 0.2%。

A.7 铅的测定

A.7.1 试剂和材料

A.7.1.1 盐酸溶液：1+50。

A.7.1.2 盐酸溶液：1+20。

A.7.1.3 盐酸溶液：1+1。

A.7.1.4 硼氢化钾、铁氰化钾混合溶液：称取 6.0 g 氢氧化钠，溶于 1000 mL 水中，混匀。再分别称取 20 g 硼氢化钾、20 g 铁氰化钾溶于上述氢氧化钠溶液中，混匀。

A.7.1.5 铅标准溶液：1 mL 溶液含铅 (Pb) 0.001 mg。

移取 1.00mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液置于 1000 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。

A.7.1.6 二级水：符合 GB/T 6682—2008 的规定。

A.7.1.7 氩气：99.99%。

A.7.2 仪器和设备

A.7.2.1 原子荧光分光光度计。

A.7.2.2 铅空心阴极灯。

A.7.2.3 真空抽滤泵：可达到-0.1mPa。

A.7.2.4 砂心漏斗：100 mL (G4)。

A.7.3 仪器工作条件

仪器工作条件见表 A.1。

表 A.1 仪器测铅工作条件

项目	灯电流 /mA	负高 压/V	原子化器		屏气流量 /(mL/min)	载气流量 /(mL/min)	注入量 /(mL/s)	读数 方式	空白 判别值	炉高 /mm
			高度/mm	温度/℃						
条件	50	270	8.0	200	1000	400	0.5	峰面积	2	8

A.7.4 分析步骤

A.7.4.1 试验溶液的制备

称取 $5.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 已于 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥至质量恒定的试样，置于配有冷却回流装置的 250 mL 烧瓶中，加入 50 mL 盐酸溶液 (A.7.1.2)，在电炉上缓慢加热至沸腾，微沸 15min 后冷却。让未溶物沉淀下

来,用砂心漏斗进行抽滤,将滤液转入 100 mL 容量瓶中,用热水洗涤不溶物 3 次,每次用 10 mL 水。将滤液转入容量瓶中,最后用 15 mL 热水洗涤漏斗和抽滤瓶,将滤液冷却至室温,用水稀释至刻度,摇匀。同时做空白试验。此溶液为试验溶液 A 供铅、重金属、砷测定时使用。

A.7.4.2 工作曲线的绘制

取 25mL 的容量瓶 7 个,分别移入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 铅标准溶液,再在每个容量瓶中加入 2 mL 盐酸溶液 (A.7.1.3),用水稀释至刻度,摇匀。

在选定的仪器工作条件下将标准系列浓度、样品参数(样品质量体积比 1/50)等输入计算程序,以盐酸溶液 (A.7.1.1) 为载流、硼氢化钾铁氰化钾混合溶液为还原剂,按仪器规程分别测定标准系列的荧光值,以铅的质量为横坐标,相对应的荧光强度为纵坐标绘制工作曲线。

A.7.4.3 测定

移取 10.00 mL 制备好的试验溶液 A 及空白溶液分别置于 25 mL 容量瓶中,加入 0.5 mL 盐酸溶液 (A.7.1.2),用水稀释至刻度,摇匀。将此溶液在与标准溶液同样的测定条件下测定荧光强度,并通过曲线求得样品的铅含量。

A.7.5 结果计算

铅含量以铅 (Pb) 的质量分数 w_4 计,数值以 mg/kg 表示,按公式 (A.4) 计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_0}{m \times 10^{-3} \times 10/100} \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

m_1 ——根据测得的试验溶液荧光强度从工作曲线上查得的铅的质量的数值,单位为毫克 (mg);

m_0 ——根据测得的空白试验溶液荧光强度从工作曲线上查得的铅的质量的数值,单位为毫克 (mg);

m ——试料的质量的数值,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.8 重金属的测定

A.8.1 试剂和材料

同 GB/T 5009.74—2003 中第 3 章的规定。

A.8.2 分析步骤

移取 20.00 mL 试验溶液 A 和 3.00 mL 限量标准液[1 mL 溶液含铅 (Pb) 10 μ g],按 GB/T 5009.74—2003 中第 6 章进行测定。

A.9 砷的测定

A.9.1 原子荧光分光光度法(仲裁法)

A.9.1.1 试剂和材料

A.9.1.1.1 盐酸溶液: 1+20。

A.9.1.1.2 盐酸溶液: 1+1。

A.9.1.1.3 硼氢化钾溶液: 称取 1.0 g 氢氧化钠,溶于 250 mL 水中,混匀。再称取硼氢化钾 5 g 溶于上述氢氧化钠溶液中,混匀。此溶液用时现配。

A.9.1.1.4 砷标准溶液: 1 mL 溶液含砷 (As) 0.1 μ g。

准确移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的砷标准溶液于 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。
再准确移取 10.00 mL 此溶液置于 1000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

A.9.1.1.5 硫脲-抗坏血酸混合溶液:

称取 5 g 硫脲、5 g 抗坏血酸溶于 100 mL 水中,混匀。用时现配。

A.9.1.1.6 二级水:符合 GB/T6682 的规定。

A.9.1.1.7 氩气:99.99%。

A.9.1.2 仪器和设备

A.9.1.2.1 原子荧光分光光度计。

A.9.1.2.2 砷空心阴极灯。

A.9.1.3 仪器工作条件

仪器工作条件见表 A.2。

表 A.2 仪器测砷工作条件

项目	灯电流 /mA	负高 压/V	原子化器		屏气流量 /(mL/min)	载气流量 /(mL/min)	注入量 /(mL/s)	读数 方式	空白 判别值	炉高 /mm
			高度/mm	温度/°C						
条件	60	270	8.0	200	1000	500	0.5	峰面积	2	8

A.9.1.4 分析步骤

A.9.1.4.1 试验测定溶液的制备

准确移取 2.50 mL 制备好的试验溶液 A (A.7.4.1) 及空白溶液于 25 mL 容量瓶中,加入 2.5 mL 盐酸溶液 (A.9.1.1.2) 和 5 mL 硫脲、抗坏血酸混合溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

A.9.1.4.2 工作曲线的绘制

取 25 mL 的容量瓶 7 个,分别移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 砷标准使用溶液,再在每个容量瓶中加入 2.5 mL 盐酸溶液 (A.9.1.1.2) 和 5 mL 硫脲-抗坏血酸混合溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

在选定的仪器工作条件下将标准系列浓度、样品参数 (样品质量体积比 1/200) 等输入计算程序,以盐酸溶液 (A.9.1.1.1) 为载流、硼氢化钾溶液为还原剂,按仪器规程读取峰面积,分别测定标准系列的荧光值,以砷的质量为横坐标,相对应的吸光值为纵坐标绘制工作曲线。

A.9.1.4.3 测定

将样品测定溶液和空白溶液在与标准溶液同样的测定条件下测定吸光度,并通过曲线求得样品的砷含量。

A.9.1.5 结果计算

砷含量以砷 (As) 的质量分数 w_5 计,数值以 mg/kg 表示,按公式 (A.5) 计算:

$$w_5 = \frac{m_1 - m_0}{m \times 10^{-3} \times 2.5 / 100} \dots\dots\dots (A.5)$$

式中:

m_1 ——根据测得的试验溶液荧光强度从工作曲线上查得的砷的质量的数值,单位为毫克 (mg);

m_0 ——根据测得的空白试验溶液荧光强度从工作曲线上查得的砷的质量的数值,单位为毫克 (mg);

m ——试料的质量 (A.7.4.1) 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 0.5mg/kg。

A. 9. 2 砷斑法

移取 20.00 mL 试验溶液 A 和 3.00 mL 砷标准溶液[1 mL 溶液含砷 (As) 1.0 μ g], 按 GB/T 5009.76—2003 中第 11 章的规定操作。

A. 10 可溶性解离盐的测定

A. 10. 1 试剂和材料

硫酸钠。

A. 10. 2 仪器和设备

A. 10. 2. 1 真空抽滤泵: 真空度可达到 0.1MPa。

A. 10. 2. 2 玻璃砂芯漏斗: 100mL, 滤板孔径 5 μ m~15 μ m。

A. 10. 2. 3 电导率仪。

A. 10. 2. 4 分析步骤

称取 5.00 g \pm 0.01 g 于 105 $^{\circ}$ C \pm 2 $^{\circ}$ C 干燥 2 h 的试样, 置于 250 mL 烧杯中, 加 100 mL 水, 搅拌。让未溶物沉淀下来, 用玻璃砂芯漏斗进行抽滤, 将滤液转入 250 mL 容量瓶中, 用热水洗涤不溶物 3 次, 每次 20 mL 水, 将滤液转入容量瓶中, 最后用 20 mL 热水洗涤漏斗和抽滤瓶, 将滤液冷却至室温, 用水稀释至刻度, 摇匀。用电导率仪测定试验溶液的比电阻, 试验溶液比电阻不应小于相应的对照溶液的比电阻。II 类产品对照溶液为每 250 mL 水中含 50 mg 无水硫酸钠; III 类产品对照溶液为每 250 mL 水中含 200 mg 无水硫酸钠。
