



中华人民共和国国家标准

GB 1886.13—2015

食品安全国家标准 食品添加剂 高锰酸钾

2015-09-22 发布

2016-03-22 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 2513—2004《食品添加剂 高锰酸钾》。

本标准与 GB 2513—2004 相比,主要变化如下:

——标准名称修改为“食品安全国家标准 食品添加剂 高锰酸钾”。

食品安全国家标准

食品添加剂 高锰酸钾

1 范围

本标准适用于食品添加剂高锰酸钾。

2 分子式和相对分子质量

2.1 分子式

KMnO_4

2.2 相对分子质量

158.03(按 2007 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	深紫色,具有金属光泽	取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下观察色泽和状态
状态	粒状、针状或流沙状结晶	

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
高锰酸钾(KMnO_4)含量, $w/\%$	99.0~100.5	附录 A 中 A.4
氯化物(以 Cl 计), $w/\%$	≤ 0.01	附录 A 中 A.5
硫酸盐(以 SO_4 计), $w/\%$	≤ 0.05	附录 A 中 A.6
水不溶物, $w/\%$	≤ 0.20	附录 A 中 A.7
砷(As)/(mg/kg)	≤ 2.0	GB 5009.76

附录 A

检验方法

A.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒害性,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 和 GB/T 603 的规定制备。试验中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 乙醇。

A.3.1.2 氢氧化钠溶液:40 g/L。

A.3.1.3 乙酸溶液:1+7。

A.3.1.4 亚硝酸钴钠溶液:100 g/L。配制:称取 0.1 g 亚硝酸钴钠,置于 50 mL 烧杯中,加 10 mL 水溶解。此溶液用前配制。

A.3.2 鉴别方法

A.3.2.1 称 0.05 g 试样,加 5 mL 水溶解,加入 1 mL 乙醇,0.3 mL 氢氧化钠溶液。溶液呈绿色,加热溶液至沸,有棕黑色沉淀。

A.3.2.2 将 A.3.2.1 中所得混合物过滤,取 1 mL 滤液,然后加入 1 mL 乙酸溶液和 1 mL 亚硝酸钴钠溶液,立即产生黄色沉淀。

A.4 高锰酸钾(KMnO₄)含量的测定

A.4.1 方法提要

采用碘量法,以淀粉为指示液,用硫代硫酸钠标准滴定溶液进行滴定,确定其含量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 碘化钾。

A.4.2.2 盐酸溶液:1+4。

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:5 g/L。

A.4.3 分析步骤

称取约 0.3 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加水使试样溶解,将溶液转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 20 mL 该溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,加 20 mL 水,1 g 碘化钾和 10 mL 盐酸溶液用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,近终点时加 3 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失。同时作空白试验。

A.4.4 结果计算

高锰酸钾(KMnO₄)含量的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{\frac{V - V_0}{1\,000} \times c \times M}{m \times \frac{20}{100}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

- V —— 滴定试验溶液时消耗的硫代钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_0 —— 空白试验时消耗的硫代钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 1 000 —— 换算系数;
- c —— 硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- M —— 高锰酸钾的摩尔质量的 $\frac{1}{5}$,单位为克每摩尔(g/mol), $[M(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4) = 31.60]$;
- m —— 试样的质量,单位为克(g);
- 20 —— 从试样稀释液中移取的体积,单位为毫升(mL);
- 100 —— 稀释后试样溶液的体积,单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

A.5 氯化物(以 Cl 计)的测定

A.5.1 方法提要

试样经处理后,在硝酸介质中,氯离子与银离子生成难溶的氯化银。当氯离子含量较低时,在一定时间内氯化银呈悬浮体,使溶液混浊,可用于氯化物的目视比浊法测定。

A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 乙醇。

A.5.2.2 硝酸溶液:1+6。

A.5.2.3 硝酸银溶液:100 g/L。

A.5.2.4 氯化物标准溶液:1 mL 含氯化物(Cl)5 μg ,使用前配制。用移液管移取 5 mL 按 GB/T 602 配制的氯化物标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

A.5.3 分析步骤

A.5.3.1 试验溶液的制备

称取约 1.25 g 试样,精确至 0.001 g。置于 50 mL 烧杯中,加 40 mL 水溶解,加 3 mL 乙醇,加热至沸 2 min~3 min。冷却,全部移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释刻度,摇匀。用中速定量滤纸干过滤,收集滤液(弃去前 10 mL 滤液),此溶液为试样溶液 A(溶液应无色),用于氯化物、硫酸盐含量的测定。

A.5.3.2 测定

用移液管移取 20 mL 试样溶液 A, 置于 25 mL 比色管中, 加 1 mL 硝酸溶液、1 mL 硝酸银溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀。避光放置 5 min, 所呈浊度不应深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的配制: 用移液管移取 10 mL 氯化物标准溶液, 与试验溶液的测定同时同样处理。

A.6 硫酸盐(以 SO_4 计)的测定

A.6.1 方法提要

试样经处理后, 在酸性介质中, 硫酸根离子与钡离子生成难溶的硫酸钡, 当硫酸根离子含量较低时, 在一定时间内硫酸钡呈悬浮体, 使溶液混浊, 可用于硫酸盐的目视比浊法测定。

A.6.2 试剂和材料

A.6.2.1 乙酸溶液: 2+3。

A.6.2.2 氯化钡溶液: 250 g/L。

A.6.2.3 硫酸盐标准溶液: 1 mL 含硫酸盐(SO_4) 0.01 mg。用移液管移取 10 mL 按 GB/T 602 配制的硫酸盐标准溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

A.6.2.4 标准比浊溶液的配制: 用移液管移取 15 mL 硫酸盐标准溶液, 置于 25 mL 比色管中, 加水至约 20 mL, 加 0.5 mL 乙酸溶液、1 mL 氯化钡溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀。

A.6.3 分析步骤

用移液管移取 12 mL 试样溶液 A, 用移液管移取 15 mL 硫酸盐标准溶液, 置于 25 mL 比色管中, 加水至约 20 mL, 加 0.5 mL 乙酸溶液、1 mL 氯化钡溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀。放置 5 min, 所呈浊度不应深于标准比浊溶液。

A.7 水不溶物的测定

A.7.1 方法提要

称取一定量的试样溶于水, 经过滤后, 在一定的温度条件下烘干至恒重, 称量后, 确定水不溶物含量。

A.7.2 仪器和设备

A.7.2.1 玻璃砂坩埚: 滤板孔径为 $5\ \mu\text{m}\sim 15\ \mu\text{m}$ 。

A.7.2.2 电烘箱: 温度能控制在 $105\ ^\circ\text{C}\sim 110\ ^\circ\text{C}$ 。

A.7.3 分析步骤

称取约 2.5 g 试样, 精确至 0.01 g, 置于 250 mL 烧杯中, 150 mL 水温热溶解。用已预先在 $105\ ^\circ\text{C}\sim 110\ ^\circ\text{C}$ 条件下恒重的玻璃砂坩埚过滤, 用水洗涤至滤出液完全无色, 置于电烘箱中, 在 $105\ ^\circ\text{C}\sim 110\ ^\circ\text{C}$ 条件下干燥至恒重。

A.7.4 结果计算

水不溶物的质量分数 w_2 , 按式(A.2)计算:

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

式中：

m_1 ——干燥后不溶物的质量，单位为克(g)；

m ——试样的质量，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定的绝对差值不大于 0.02%。