



中华人民共和国国家标准

GB 31631—2014

食品安全国家标准 食品添加剂 氯化铵

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 氯化铵

1 范围

本标准适用于联合制碱法、直接中和法、复分解法或离子交换法生产的食品添加剂氯化铵。

2 分子式和相对分子质量

2.1 分子式

NH_4Cl

2.2 相对分子质量

53.49(按 2011 年国际相对原子质量)

3 技术要求

3.1 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 50 mL 烧杯中,在自然光下观察色泽和状态
状态	结晶或结晶状粉末	

3.2 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
氯化铵(NH_4Cl)含量(以干基计, w)/%	\geq 99.5	附录 A 中 A.4
干燥减量(w)/%	\leq 0.5	A.5
灼烧残渣(w)/%	\leq 0.4	A.6
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq 2	GB 5009.12
无机砷(以 As 计)/(mg/kg)	\leq 2	GB 5009.11 或 GB 5009.76
澄清度	通过试验	A.7

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。

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 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 硝酸。

A.3.1.2 氨水溶液:2+3。

A.3.1.3 硝酸银溶液:42 g/L。

A.3.1.4 氢氧化钠溶液:40 g/L。

A.3.1.5 红色石蕊试纸。

A.3.2 鉴别方法

A.3.2.1 氯离子的鉴别

取约 0.2 g 试样,加 20 mL 水溶解,加硝酸银溶液即产生白色沉淀,此沉淀不溶于硝酸,溶于过量的氨水溶液中。

A.3.2.2 铵的鉴别

取约 0.2 g 试样,加 20 mL 水溶解,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 氯化铵(NH₄Cl)含量(以干基计)的测定

A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 氢氧化钠溶液:400 g/L。

A.4.1.2 硫酸溶液: $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.5 \text{ mol/L}$ 。

A.4.1.3 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) = 0.5 \text{ mol/L}$ 。

A.4.1.4 甲基红-亚甲基蓝混合指示液。

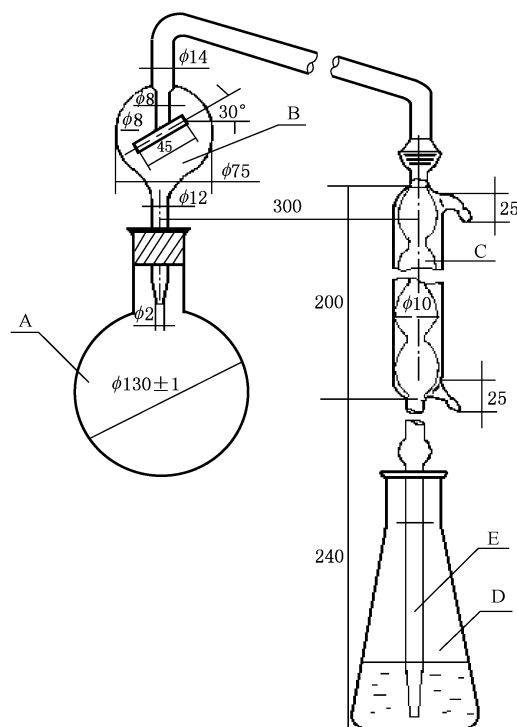
A.4.1.5 广泛 pH 试纸。

A.4.1.6 无氨的水。

A.4.2 仪器和设备

A.4.2.1 蒸馏装置:按图 A.1 装备蒸馏装置,或使用其他具有相同蒸馏能力的定氮蒸馏仪,仪器的磨口连接处应涂硅脂密封。

单位为毫米



- A——蒸馏瓶;
 B——防溅球瓶;
 C——冷凝管(7球);
 D——吸收瓶;
 E——导流管。

图 A.1 蒸馏装置图

A.4.2.2 蒸馏加热装置:1 000 W~1 500 W 电炉,置于升降台架上,可自由调节高度。也可使用调温电炉或能够调节供热强度的其他形式热源。

A.4.2.3 防爆沸颗粒:沸石或毛细玻璃管。

A.4.3 分析步骤

称取约 0.9 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于蒸馏瓶中。加 300 mL 无氨的水,摇动使试料溶解。加入几粒防爆沸颗粒,将蒸馏瓶连接于蒸馏装置上。在吸收瓶中用移液管移入 50.0 mL 硫酸溶液,加 4 滴~5 滴甲基红-亚甲基蓝混合指示液,加适量水,将导流管出口位于吸收液液面下约 1.5 cm。

从蒸馏瓶口加入 20 mL 氢氧化钠溶液,马上塞上防溅球管。开通冷却水,开启蒸馏加热装置,沸腾

时根据泡沫产生程度调节供热强度,避免泡沫溢出或液滴带出。蒸馏出至少 150 mL 馏出液后,用广泛 pH 试纸检查流出的液滴,如不呈碱性则结束蒸馏。用少量水冲洗导流管的下端,取下吸收瓶。

用氢氧化钠标准滴定溶液滴定吸收瓶中的吸收液,至溶液呈灰绿色为终点。

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)与测定试验相同。

A.4.4 结果计算

氯化铵(NH_4Cl)含量(以干基计)的质量分数 ω_1 按式(A.1)计算:

$$\omega_1 = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times M}{m \times (1 - \omega_2) \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

V_0 ——空白试验所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——滴定试验溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氯化铵的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{NH}_4\text{Cl})=53.49$];

m ——试样的质量,单位为克(g);

ω_2 ——按 A.5 测定的干燥减量的质量分数;

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 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:100 °C~105 °C。

A.5.1.2 称量瓶: $\phi 50\text{ mm} \times 30\text{ mm}$ 。

A.5.2 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于预先于 100 °C~105 °C 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定的称量瓶中,于 100 °C~105 °C 下干燥至质量恒定。

A.5.3 结果计算

干燥减量的质量分数 ω_2 按式(A.2)计算:

$$\omega_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

m_1 ——称量瓶和试样干燥前的质量,单位为克(g);

m_2 ——称量瓶和试样干燥后的质量,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 0.05%。

A.6 灼烧残渣的测定

A.6.1 仪器和设备

A.6.1.1 瓷蒸发皿:容积为 50 mL。

A.6.1.2 高温炉:能控制温度为 500 °C~600 °C。

A.6.2 分析步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于预先于 500 °C~600 °C 的高温炉中灼烧至质量恒定的瓷蒸发皿中,置于电炉上加热升华,直至无白烟冒出为止,置于 500 °C~600 °C 的高温炉中灼烧至质量恒定。

A.6.3 结果计算

灼烧残渣的质量分数 w_3 按式(A.3)计算:

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

式中:

m_1 ——灼烧后瓷蒸发皿和残渣的质量,单位为克(g);

m_2 ——瓷蒸发皿的质量,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 0.1%。

A.7 澄清度试验

A.7.1 试剂和材料

A.7.1.1 浊度标准贮备液

称取 1.00 g 已于 105 °C 干燥至质量恒定的硫酸肼,加适量水溶解,必要时可在 40 °C 的水浴中温热溶解,转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,放置 4 h~6 h。取此溶液与等体积的六亚甲基四胺溶液(100 g/L)混合,摇匀,于 25 °C±1 °C 下避光静置 24 h,制得浊度标准储备液。该溶液放置于阴凉、避光处保存,使用期为 2 个月,使用前摇匀。

A.7.1.2 浊度标准原液

用移液管移取 15.0 mL 浊度标准贮备液,置 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。取适量溶液置于 1 cm 比色皿中,使用可见分光光度计,以水调零,于 550 nm 波长处测定溶液的吸光度,其吸光度应在 0.12~0.15 之间。该溶液应在 48 h 内使用,使用前摇匀。

A.7.1.3 水

本试验所用的水均为新煮沸并放冷的 GB/T 6682 规定的三级水。

A.7.2 仪器和设备

比色管:容积 100 mL,内径 15 mm~16 mm,平底,无色,一套比色管的玻璃颜色和刻线高度应

相同。

A.7.3 分析步骤

A.7.3.1 浊度标准溶液的制备

用移液管移取 5.0 mL 浊度标准原液,置于 100 mL 比色管中,用水稀释至刻度,摇匀,放置 5 min。该溶液现用现配,使用前充分摇匀。

A.7.3.2 测定

称取 $10.00\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于比色管中,加适量水溶解,用水稀释至刻度,摇匀。在黑色背景上,于漫射光下,从水平方向观察比较,试样溶液所产生的浊度小于浊度标准溶液产生的浊度即为通过试验。

注:测定应在试样溶液配制后的 5 min 内完成。
