

食品添加剂 碳酸钾

1 主题内容与适用范围

本标准规定了食品添加剂碳酸钾的技术要求,试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。
本标准适用于电解碳化法、离子交换法等工艺制得的食品添加剂碳酸钾。该产品用于食品中作膨松剂。

分子式:K₂CO₃

相对分子质量:138.21(按1989年国际相对原子质量)

2 引用标准

- GB 191 包装储运图示标志
- GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 3049 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法
- GB/T 3050 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 8450 食品添加剂中砷的测定方法
- GB 8451 食品添加剂中重金属限量试验方法
- GB 8946 塑料编织袋
- GB 10454 柔性集中袋

3 技术要求

3.1 外观:白色粉末或颗粒状结晶。

3.2 食品添加剂碳酸钾应符合下表要求。

项 目		指 标	
碳酸钾(K ₂ CO ₃)含量(灼烧后)	≥	99.0	%
氯化物(以KCl计)含量	≤	0.01	

续表		%
项 目		指 标
重金属(以 Pb 计)含量	≤	0.002
砷(As)含量	≤	0.000 3
灼烧失量	≤	0.60

注：灼烧失量指标仅适用于产品包装时检验用。

4 试验方法

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 6682 中规定的三级水。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、试剂及制品,在没有注明其他规定时,均按 GB 601、GB 602、GB 603 规定制备。

4.1 鉴别

4.1.1 试剂和材料

4.1.1.1 盐酸(GB 622);

4.1.1.2 无水乙醇(GB 678);

4.1.1.3 氧化钙(GB 1262)饱和溶液;

配制：称取 3g 氧化钙放入 1 000mL 水中,经剧烈搅拌或振摇后,放置澄清,取澄清液备用。

4.1.1.4 硫酸镁(GB 671)溶液：120g/L;

4.1.1.5 四苯硼钠(HG 3—1164)乙醇溶液：34g/L;

配制：称取 3.4g 四苯硼钠,溶于 100mL 无水乙醇中,必要时过滤后备用。

4.1.1.6 红色石蕊试纸。

4.1.2 鉴别方法

4.1.2.1 碳酸盐

a. 取 50mL 1g/mL 试验溶液,置于 250mL 锥形瓶中,滴加盐酸,即放出气体。将此气体导入氧化钙饱和溶液中,发生白色浑浊。

b. 取适量 1g/mL 试验溶液,滴加硫酸镁溶液,即发生白色沉淀。

4.1.2.2 钾盐

a. 取适量 1g/mL 试验溶液,加入四苯硼钠溶液,即有大量白色沉淀生成。

b. 取适量 1g/mL 试验溶液置于锥形瓶中,将锥形瓶置于电炉上加热,放于瓶口外的湿的红色石

蕊试纸应不变色。

4.2 碳酸钾含量的测定

4.2.1 四苯硼钾重量法(仲裁法)

4.2.1.1 方法提要

制备：称取 0.2g 碳酸钾(GB 1397)，精确至 0.000 1g。溶于 300mL 水中，加入 5 滴甲基红指示液，用乙酸溶液调至红色，于水浴上加热到 40℃，在搅拌下加入 45mL 四苯硼钠乙醇溶液，放置 10min 取下。冷至室温，用清洁的坩埚式过滤器抽滤，用 5% 的乙醇溶液洗涤、转移沉淀，抽干；取下坩埚式过滤器，用 10mL 无水乙醇分 5 次沿坩埚式过滤器壁洗涤，抽干。

4.2.1.2.5 四苯硼钾乙醇饱和溶液；

配制：称取 0.2g 四苯硼钾溶于 100mL 无水乙醇中，即为饱和溶液。

过滤。

4.2.1.2.6 甲基红(HG 3-958)乙醇溶液：1g/L。

4.2.1.3 仪器、设备

4.2.1.3.1 坩埚式过滤器：滤板孔径 5~15μm。

4.2.1.4 分析步骤

称取 0.8~0.85g 于 270~300℃灼烧至恒重的试样；精确至 0.000 2g，溶于水，移入 500mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。如试验溶液浑浊，则需干过滤，弃去初始 10~15mL 滤液。用移液管移取 25mL 试验溶液置于 100mL 烧杯中，加 35mL 水，1 滴甲基红指示液，用乙酸溶液调至红色，于水浴上加热至 40℃，在搅拌下逐滴加入 8.5mL 四苯硼钠乙醇溶液，放置 10min 取下，冷至室温。用已于 120~125℃下烘至恒重的坩埚式过滤器抽滤，用四苯硼钾乙醇饱和溶液转移沉淀，并每次用 15mL 四苯硼钾

称取约 1g 于 270~300℃灼烧至恒重的试样,精确至 0.000 2g。置于 250mL 锥形瓶中,加 50mL 水溶解。加入 5 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由绿变为暗红色。将溶液煮沸 2min,冷却后,继续滴定至暗红色,同时作空白试验。

4.2.2.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的碳酸钾(K_2CO_3)含量(X_1)按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{(V-V_0)c \times 0.06910}{m} \times 100 - 3.006X_2 - 5.686X_3$$

$$= \frac{6.910(V-V_0)c}{m} - 3.006X_2 - 5.686X_3 \dots\dots\dots (2)$$

式中: V ——滴定试验溶液所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

c ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料的质量, g;

0.069 10——与 1.00mL 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的碳酸钾的质量;

X_2 ——按照本标准第 4.3 条测得的钠含量, %;

X_3 ——按照本标准第 4.4 条测得的钙、镁(以 Mg 计)的含量, %;

3.006——将钠换算为碳酸钾的系数;

5.686——将镁换算为碳酸钾的系数。

4.2.2.6 允许差

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 0.3%。

4.3 钠含量的测定

4.3.1 方法提要

钠在高温火焰中发射具有确定波长的特征光,其光强度与试验溶液中钠离子浓度成正比。通过测量发射光的强度测定试样中钠的含量。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 碳酸钾(光谱纯)溶液:20g/L;

4.3.2.2 钠标准溶液:1mL 溶液含有 0.1mgNa。

4.3.3 仪器、设备

4.3.3.1 火焰光度计。

4.3.4 工作曲线的绘制

在一系列 250mL 的容量瓶中,各加入 10mL 碳酸钾溶液。再分别加入 0.00、2.50、5.00、10.00mL 的钠标准溶液。用水稀释至刻度,摇匀。使用火焰光度计,在波长 589nm 处,以水调零、测量发射强度。以钠含量为横坐标,以扣除试剂空白后对应的发射强度为纵坐标绘制工作曲线。

4.3.5 分析步骤

称取约 0.2g 试样,精确至 0.000 2g,置于烧杯中。加少量水溶解,转入 250mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。使用火焰光度计,在波长 589nm 处,以水调零,测量试验溶液的发射强度。

4.3.6 分析结果的表述

以质量百分数表示的钠(Na)含量(X_2)按式(3)计算:

$$X_2 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m(1-X_3)} \times 100$$

$$= \frac{m_1}{10m(1-X_3)} \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中钠的质量, mg;

m ——试料的质量, g;

X_8 ——按照本标准第 4.11 条测定的灼烧减量, %

4.2.7. 允差

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%。

4.4 钙、镁总量的测定

4.4.1 方法提要

当 $\text{pH} \approx 10$ 时,在氨-氯化铵缓冲溶液中, Ca^{2+} 、 Mg^{2+} 与 EDTA 生成络合物。根据 EDTA 标准滴定溶液的消耗量确定钙、镁总量。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 盐酸(GB 622)溶液:1+1;

4.4.2.2 氨水(GB 631)溶液:2+3;

4.4.2.3 氨-氯化铵缓冲溶液甲: $\text{pH} \approx 10$;

4.4.2.4 镁标准溶液:1mL 溶液含有 1 mg Mg;

配制:称取 1.660g 于 800℃ 灼烧至恒重的氧化镁,溶于 25mL 盐酸及少量水中,移入 1 000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.4.2.5 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)(GB 1401)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})$ 约为 0.05mol/L;

4.4.2.6 铬黑 T 指示剂。

4.4.3 仪器、设备

4.4.3.1 微量滴定管:分度值为 0.02mL。

4.4.4 分析步骤

称取约 0.5g 试样,精确至 0.0001g,置于 100mL 容量瓶中,加入 10mL 盐酸,加热溶解,冷却,加入 10mL 氨水,使溶液呈碱性,加入 10mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲,加入 10mL 铬黑 T 指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为蓝色,即为终点。消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积为 V mL。

配制：称取 1.864g 于 500~600℃灼烧至恒重的基准氯化钾，精确至 0.001g。置于烧杯中，加水溶解，全部移入 500mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

用移液管移取 10mL 溶液置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.5.2.2 硝酸银(GB 670)标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3)$ 约为 0.005mol/L。

配制：用移液管移取 5mL 按 GB 601 配制的硝酸银标准滴定溶液，置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

其他同 GB 3050 第 4 条。

4.5.3 仪器、设备

同 GB 3050 第 3 条。

4.5.4 分析步骤

称取 1.9~2.1g 试样，精确至 0.01g，置于 50mL 烧杯中，加少量水润湿。滴加 4mL 硝酸溶液使试样溶解，加 1 滴溴酚蓝指示剂，继续滴加硝酸溶液至试验溶液恰呈黄色，再加 15mL 乙醇，以下操作按 GB

3050 第 4.7.3 条所述，从“……放入电磁搅拌子……”至“……记录起始电位值……”。然后，用硝酸银标准滴定溶液进行滴定，先加入 0.5mL，再逐次加入 0.1mL，以下按 GB 3050 第 4.7.3 条所述从“记录每次加入硝酸银标准溶液后的总体积……”开始进行操作。

4.5.5 空白试验

在 50mL 烧杯中，加入 4mL 硝酸溶液，用氯化钾标准溶液滴定，其他操作按 GB 3050 第 4.7.3 条所述进行。

配制：准确称取 0.100 0 g 经 105~110℃ 干燥至恒重的无水硫酸钾 (K_2SO_4)。溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

称取约 10g 试样，精确至 0.01g，溶于水，移入 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用移液管移取 10mL 试验溶液置于 50mL 烧杯中，加 2 滴过氧化氢，用 15mL 盐酸溶液中和，加热煮沸 2min。冷却

后，倾入 50mL 比色管中，以少量水冲洗烧杯，倾入比色管中，加 2mL 盐酸溶液，用水稀释至 40mL，再加 5mL 乙醇、3mL 氯化钡溶液，摇匀，在 30~35℃ 水浴中保持 10min，用水稀释至刻度摇匀；与标准比浊溶

液进行比较。

$$= \frac{m_1 - m_0}{10m(1 - X_8)} \dots\dots\dots (7)$$

- 式中： m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铁的质量，mg；
 m_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铁的质量，mg；
 m ——试料的质量，g；
 X_8 ——按照本标准第 4.11 条测定的灼烧失量，%。

4.7.7 允许差

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 0.0005%

4.8 水不溶物含量的测定

4.8.1 方法提要

以水溶解试样，用古氏坩埚抽滤，再将不溶物干燥至恒重，根据不溶物的质量确定水不溶物含量。

4.8.2 试剂和材料

4.8.2.1 盐酸(GB 622)溶液：1+3；

4.8.2.2 碳酸钾(GB 1397)溶液：70g/L；

4.8.2.3 酚酞(GB 10729)乙醇溶液：10g/L；

4.8.2.4 酸洗石棉(HG 3—1062)：取适量酸洗石棉浸泡在盐酸溶液中，煮沸 20min，用布氏漏斗过滤并用水洗涤至中性，再用碳酸钾溶液浸泡并煮沸 20min，用布氏漏斗过滤并用上述溶液洗涤至中性。

同 GB 8451 第 2 条。

4.9.2 试剂和材料

4.9.2.1 盐酸(GB 622)溶液:1+1;

4.9.2.2 盐酸(GB 622)溶液:1+10

4.9.2.3 硫化钠饱和溶液;

配制:称取 5g 硫化钠,溶于 10mL 水和 30mL 丙三醇的混合液中。

4.9.2.4 铅标准溶液:1mL 溶液含有 0.01mgPb。

配制:用移液管移取 10mL 按 GB 602 配制的铅标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。

度,摇匀。此溶液使用时配制。

其他同 GB 8451 第 3 条。

4.9.3 分析步骤

A 管、在 50mL 比色管中移取 2.00mL 铅标准溶液,加水稀释至刻度。

m ——灼烧前试料的质量, g。

4.11.5 允许差

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 0.05%。

5.1 食品添加剂碳酸钾应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准的规定进行检验, 生产厂应保证所有出厂的食品添加剂碳酸钾都符合本标准的要求。每批出厂的产品应附有质量证明书。内容包括: 生产厂名、产品名称、批号、净重、生产日期、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的产品进行验收。

5.3 每批产品不超过 60t。

5.4 按 GB 6678 第 6.6 条规定确定采样单元数。采样时, 将采样器自包装袋垂直中心线插入至料层深度的 3/4 处采样。将样品混匀后, 以四分法缩分至 500g, 分装于两个洁净、干燥的广口瓶中, 密封、标识。