中 华 人 民 共 和 国 国 家 标 准

GB 25576－××××

食品安全国家标准
食品添加剂　二氧化硅

（征求意见稿）

201×-××-××发布

201×-××-××实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国 家 市 场 监 督 管 理 总 局 发布

前　言

本标准代替 GB 25576－2010《食品安全国家标准 食品添加剂 二氧化硅》。

本标准与GB 25576—2010相比，主要变化如下：

——III类产品干燥减量指标修改为不大于 7.0%；

——修改了干燥减量检验方法的干燥时间；

——修改了灼烧失量检验方法的灼烧时间；

——修改了铅含量测定引用方法；

——修改了砷含量测定引用方法。

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）制得的食品添加剂二氧化硅。

2 分子式和相对分子质量

2.1 分子式

SiO_2

2.2 相对分子质量

60.08（按 2016 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
	I 类	II 类	III类	
色泽	白色	白色	白色	取适量试样置于50mL烧杯中，在自然光下观察色泽和状态
状态	均匀粉末	无定型颗粒	均匀粉末或颗粒	
注：I 类为气相二氧化硅、II 类为水合硅胶、III类为沉淀二氧化硅、硅胶				

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
	I 类	II 类	III类	
二氧化硅（灼烧后），*w*/% ≥	99.3	99.0	96.0	附录 A 中 A.4
干燥减量，*w*/% ≤	2.5	70.0	7.0	附录 A 中 A.5
灼烧失量，*w*/% ≤	2.0	8.5	8.5	附录 A 中 A.6
铅（Pb）/(mg/kg) ≤	5			附录 A 中 A.7
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（以 Na_2SO_4 计），*w*/% ≤	——	1	4	附录 A 中 A.10

附　录　A

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、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。试验中所用杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

A.3　鉴别试验

A.3.1　试剂和材料

A.3.1.1 氨水。

A.3.1.2 硝酸。

A.3.1.3 磷酸氢二钠溶液：溶解 12 g 磷酸氢二钠（$Na_2HPO_4 \cdot 7H_2O$），加水至 100 mL。

A.3.1.4 钼酸铵溶液：溶解 6.5 g 钼酸粉末于 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 磷酸氢二钠溶液于 5 mL 上述溶液不立刻产生大量黄色沉淀时，该溶液失效。

A.3.1.5 邻联甲苯胺冰乙酸饱和溶液。

A.3.2 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 500℃～600℃下灼烧约 10 min，冷却，加 2 mL 新蒸馏水溶解。如有必要可加温，然后缓慢加入 2 mL 钼酸铵溶液，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 1 滴邻联甲苯胺冰乙酸饱和溶液，然后将滤纸放在浓氨水上，应有绿色斑出现。

A.4　二氧化硅含量的测定

A.4.1　方法提要

试样经 950 ℃±50 ℃灼烧后，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　高温炉：可控温度 950 ℃±50 ℃。

A.4.3.2　铂坩埚：50 mL。

A.4.4　分析步骤

使用已于 950 ℃±50 ℃灼烧至质量恒定的铂坩埚称取约 1 g 试样 B（A.6.2），精确至 0.0002 g。用适量乙醇（约 2 mL）润湿试样，加入 5 滴～6 滴硫酸，加入 10 mL 氢氟酸淹没试样。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，小心回荡坩埚以冲洗内壁，再蒸发至干。于 950 ℃±50 ℃灼烧 1 h。取出，于干燥器中冷却，称量。

A.4.5　结果计算

二氧化硅（SiO_2）的质量分数 w_1，按式（A.1）计算：

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

式中：

m_1——试样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）。

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：可控温度 105 ℃±2 ℃。

A.5.1.2 称量瓶：ϕ60 mm×30 mm。

A.5.2 分析步骤

使用预先于 105 ℃±2 ℃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 ℃±2 ℃下干燥 2 h。取出，于干燥器中冷却，称量。保留此干燥过的试样为试样 A，供 A.6 测定灼烧失量时使用。

A.5.3 结果计算

干燥减量的质量分数 w_2，按式（A.2）计算：

$$w_2 = \frac{m_4 - m_5}{m_4 - m_3} \times 100\ \% \quad \cdots\cdots（A.2）$$

式中：

m_4——试样和称量瓶干燥前的质量数值，单位为克（g）；

m_5——试样和称量瓶干燥后的质量数值，单位为克（g）；

m_3——称量瓶的质量数值，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 0.2 % 。

A.6 灼烧失量的测定

A.6.1 仪器和设备

A.6.1.1 高温炉：可控温度 950 ℃±50 ℃。

A.6.1.2 瓷坩埚：50 mL。

A.6.2 分析步骤

称取 1 g～2 g 试样 A（A.5.2），精确至 0.0002 g，置于预先于 950 ℃±50 ℃下灼烧至质量恒定的瓷坩埚中，于 950 ℃±50 ℃灼烧 1 h。取出，于干燥器中冷却，称量。保留此灼烧过的试样为试样 B，供 A.4 测定二氧化硅含量时使用。

A.6.3 结果计算

灼烧减量的质量分数 w_3，按式（A.3）计算：

$$w_3 = \frac{m_7 - m_8}{m_7 - m_6} \times 100\ \% \quad \cdots\cdots（A.3）$$

式中：

m_7——试样和瓷坩埚灼烧前的质量的数值，单位为克（g）；

m_8——试样和瓷坩埚灼烧后的质量的数值，单位为克（g）；

m_6——瓷坩埚的质量的数值，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 0.2 % 。

A.7　铅（Pb）的测定

A.7.1　试剂和材料

A.7.1.1　盐酸溶液：1+20。

A.7.1.2　水：符合 GB/T 6682 规定的二级水。

A.7.2　分析步骤

A.7.2.1　试样溶液 A 的制备

称取 5.00 g±0.01 g 已于 105 ℃±2 ℃下干燥 2 h 后的试样，置于配有冷却回流装置的 250 mL 烧瓶中，加入 50 mL 盐酸溶液，在电炉上缓慢加热至沸腾，微沸 15 min 后冷却。让不溶物沉淀下来，用玻璃砂漏斗进行抽滤，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。此溶液为试样溶液 A，供铅、重金属、砷测定时使用。

同时做空白试验。

A.7.2.2 测定

使用试样溶液A（A.7.2.1）和相应空白溶液，作为消解后试样溶液按照GB 5009.12规定的方法进行测定。试验中所用水符合GB/T 6682规定的二级水。

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 1 mg/kg 。

A.8　重金属（以 Pb 计）的测定

准确移取 20 mL 试样溶液 A（A.7.2.1）和 3 mL 铅标准使用液（10 μg/ mL），按 GB 5009.74－2014 中第 6 章进行测定（试验中所用水符合 GB/T 6682 规定的二级水）。

A.9　砷（As）测定

使用试样溶液A（A.7.2.1）和相应空白溶液，作为消解后试样溶液按照GB 5009.76规定的方法进行测定。试验中所用水符合GB/T 6682规定的二级水。

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 0.6 mg/kg 。

A.10　可溶性解离盐（以 Na_2SO_4 计）的测定

A.10.1 试剂和材料

无水硫酸钠。

A.10.2　仪器和设备

A.10.2.1　真空抽滤泵：可达到-0.1MPa。

A.10.2.2　玻璃砂漏斗：100 mL ，G4。

A.10.2.3　电导率仪。

A.10.2.4　电热恒温干燥箱：可控温度 105 ℃±2 ℃。

A.10.3　分析步骤

称取 5.00 g±0.01 g 于 105℃±2 ℃下干燥 2 h 的试样，置于 250 mL 烧杯中，加 100 mL 水，搅拌。让不溶物沉淀下来，用玻璃砂漏斗进行抽滤，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电导率，试验溶液电导率不应大于相应的对照溶液的电导率。对Ⅱ类产品对照溶液为每 250 mL 水中含 50 mg 无水硫酸钠；对Ⅲ类产品，对照溶液为每 250 mL

水中含 200 mg 无水硫酸钠。