

中华人民共和国国家标准

GB 29215—2012

食品安全国家标准

食品添加剂 植物活性炭（木质活性炭）

2012-12-25 发布

2013-01-25 实施

中华人民共和国卫生部 发布

食品安全国家标准

食品添加剂 植物活性炭（木质活性炭）

1 范围

本标准适用于以木屑、竹子、椰壳或果壳等植物材料经物理法或化学法制得的食品添加剂植物活性炭（木质活性炭）。

2 分子式和相对分子质量

2.1 分子式

C

2.2 相对分子质量

12.01（按2007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	黑色	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	粉末或颗粒	

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
碘吸附值（以干基计）/ (mg/g)	≥ 400	GB/T 12496.8
硫酸盐灰分（以干基计），w/%	≤ 7.0	附录A中A.4
氰化物	通过试验	GB/T 12496.14
高级芳香烃	通过试验	附录A中A.5
水溶物（以干基计），w/%	≤ 4.0	附录A中A.6
砷(As)（以干基计）/ (mg/kg)	≤ 3	附录A中A.7
铅(Pb)（以干基计）/ (mg/kg)	≤ 5	附录A中A.8

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或腐蚀性，操作时应采取适当的安全和防护措施。

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—2008 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 之规定制备。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 盐酸溶液: 5%。

A. 3. 1. 2 碘溶液：在100 mL水中溶解14.0 g碘和36.0 g碘化钾，加3滴盐酸，用水稀释至1000 mL，摇匀。

A.3.2 鉴别方法

取约3.0 g试样，置于盛有10 mL盐酸溶液的碘量瓶中，煮沸并保持30 s，冷却到室温，加100 mL碘溶液，塞上瓶塞，剧烈振摇30 s。用中速定性滤纸过滤，弃去初滤液20 mL，滤液转移到50 mL比色管中至刻度，与参比溶液比对，其颜色不应深于参比溶液。

参比溶液：用移液管移取10 mL碘溶液置于50 mL比色管中，用水稀释至刻度，摇匀。

A.4 硫酸盐灰分的测定

A.4.1 试剂和材料

A 4.1.1 碳酸铵。

A 4 1 2 硫酸。

A 4 1 3 磷酸溶液: 1±19-

A 4.2 仪器和设备

A 4.2.1 瓷坩埚，30 mL

A 4.2.2 高温炉，能控制温度在 $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$

▲ 4.3 分析步骤

称取约 0.5 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于预先于 800 ℃±25 ℃下干燥至质量恒定的瓷坩埚中，加入足够量的硫酸溶液，浸润全部样品。置于电热板上缓慢加热，直到样品干燥并完全炭化，继续加热直到所有样品挥发或几乎所有的炭都被氧化，冷却至室温。加 0.1 mL 硫酸润湿残渣，按上述方式继续加热直到残余物和过量的硫酸被蒸发，为促进硫酸的挥发可在加入硫酸的残渣中加几粒碳酸铵。继续在 800 ℃±25 ℃下灼烧至质量恒定。

A 4.4 结果计算

磷酸盐灰分的质量分数 w_{P} 按式 (A-1) 计算:

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

式中：

m_1 ——灼烧后残渣和坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

w_4 ——按附录B测定的干燥减量的质量分数，%。

实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0.5%。

A.5 高级芳香烃试验

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 环己烷。

A.5.1.2 硫酸奎宁标准使用溶液：1 mL溶液含硫酸奎宁 $[(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4]$ 0.1 μ g。

称取1.048 g硫酸奎宁 $[(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4 \cdot 2H_2O]$ ，置于1000 mL容量瓶中，溶解于硫酸溶液（3+1000）中，用硫酸溶液（3+1000）稀释至刻度，摇匀。该溶液为硫酸奎宁标准溶液I，1 mL溶液含硫酸奎宁 $[(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4]$ 1 mg。

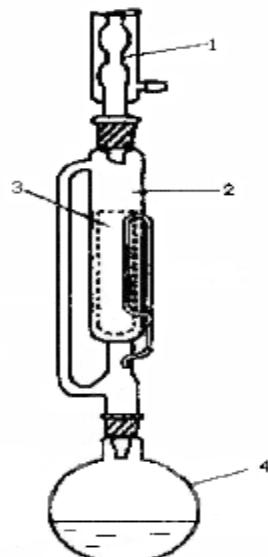
用移液管移取1mL硫酸奎宁标准溶液I，置于100 mL容量瓶中，用硫酸溶液（3+1000）稀释至刻度，摇匀。该溶液为硫酸奎宁标准溶液II，1 mL溶液含硫酸奎宁 $[(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4]$ 0.01 mg。

用移液管移取1 mL硫酸奎宁标准溶液II，置于100 mL容量瓶中，用硫酸溶液（3+1000）稀释至刻度，摇匀。该溶液为硫酸奎宁标准使用溶液，1 mL溶液含硫酸奎宁 $[(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 \cdot H_2SO_4]$ 0.1 μ g，该溶液现用现配。

A.5.2 仪器和设备

A.5.2.1 索式提取器装置图，见图A.1。

A.5.2.2 比色管：10 mL。



1——冷凝管；

2——索式提取器；

3——滤纸包；

4——烧瓶（50 mL）。

图A.1 索式提取器装置图

A. 5. 3 分析步骤

称取已通过71 μm 试验筛并按附录B干燥的试样1.00 g \pm 0.01 g，用干净的滤纸包裹严密，置于索式提取器中，在烧瓶中加入12.0 mL环己烷，按图A.1连接好装置，将烧瓶置于90 $^{\circ}\text{C}$ \sim 95 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中连续提取2 h。将提取液冷却后转移至比色管中。

标准溶液是将10 mL硫酸奎宁标准使用溶液置于比色管中。

在紫外灯(365 nm)下观察，样品溶液显示的颜色或荧光不超过标准溶液为通过试验。

A.6 水溶物(以干基计)的测定

A. 6. 1 仪器和设备

A.6.1.1 回流冷凝器。

A.6.1.2 电热恒温干燥箱：能控制温度 $100^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

A.6.2 分析步骤

移取已通过71 μm 试验筛并按附录B干燥的试样约5 g，精确至0.01 g。置于具有回流冷凝器和本生阀的250 mL干燥烧瓶中。加入100.0 mL水和几个玻璃球，加热回流1 h。稍微冷却，然后使用中速定性滤纸进行干过滤，弃去最初的10 mL滤液。将其后的滤液冷却到室温。用移液管移取25 mL滤液，置于已于100 $^{\circ}\text{C}$ ± 2 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的蒸发皿中。将蒸发皿置于水浴上蒸发至滤液近干，在蒸发过程中不应使溶液沸腾。于100 $^{\circ}\text{C}$ ± 2 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定。保留滤液A用于砷的测定。

A. 6.3 结果计算

水溶物的质量分数 w_2 , 按式 (A.2) 计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m \times (25/100)} \times 100\% \dots \dots \dots \quad (\text{A.2})$$

式中：

m_1 ——干燥后残渣和蒸发皿的质量的数值，单位为克(g)；

m_2 —蒸发皿的质量的数值，单位为克(g)：

m—试样的质量的数值，单位为克(g)；

25—移取试验溶液的体积，单位为毫升（mL）：

100—加入水的体积，单位为毫升（mL）。

实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.7 砷(As)的测定

移取 20.00 mL 保留的滤液 A (A.6.2), 置于定砷仪中, 作为试验溶液。以下按 GB/T 5009.76 进行测定。

A.8 铅 (Pb) 的测定

A. 8. 1 方法提要

用含硝酸的水萃取试样中的铅离子，在原子吸收分光光度计上，以空气-乙炔火焰，采用工作曲线法进行测定。

A 8.2 试剂和材料

A 8.2.1 硝酸。

A.8.2.2 硝酸溶液：1+5。

A 8 2 3 铅 (Pb) 标准溶液: 0.10 mg/mL。

A 8.2.4 水：符合GB/T 6682—2008中一级水的规定。

A.8.3 仪器和设备

原子吸收分光光度计：配有铅空心阴极灯。

A.8.4 测定步骤

A.8.4.1 仪器的清洗

所用玻璃仪器均以硝酸溶液（A.8.2.2）浸泡过夜，用自来水反复冲洗，最后用水冲洗干净。

A.8.4.2 工作曲线的绘制

用移液管移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL 铅标准溶液，分别置于四个 50 mL 容量瓶中，加 1 mL 硝酸，用水稀释至刻度，摇匀。在原子吸收分光光度计上，选用空气-乙炔火焰，于波长 283.3 nm 处，用水调零，选择最佳仪器工作条件，测量上述溶液的吸光度。

从标准溶液的吸光度中减去空白溶液的吸光度，以铅的浓度为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

A.8.4.3 测定

称取约 5 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于锥形瓶中，加 50 mL 水，加入 1 mL 硝酸，置于电炉上加热微沸腾 10 min，稍冷，用中速定性滤纸过滤，用少量水洗涤 3 次～5 次，洗液与滤液合并置于 50 mL 容量瓶中，冷却至室温，用水稀释至刻度，摇匀。

在原子吸收分光光度计上，选用空气-乙炔火焰，于波长 283.3 nm 处，用水调零，选择最佳仪器工作条件，测量试验溶液的吸光度。根据测得的吸光度，从工作曲线查出试验溶液中铅的浓度（mg/L）。

A.8.5 结果计算

铅（Pb）的质量分数 w_3 ，数值以毫克每千克（mg/kg）表示，按式（A.3）计算：

$$w_3 = \frac{\rho \times 0.05 \times 1000}{m \times (100\% - w_4)} \quad (\text{A.3})$$

式中：

ρ ——由工作曲线查出的铅浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

m ——试样的质量的数值，单位为克（g）；

w_4 ——按附录 B 测定的干燥减量的质量分数，%；

0.05——容量瓶的容积，单位为升（L）；

1000——换算因子。

实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 2 mg/kg。

附录 B

干燥减量的测定

B. 1 仪器和设备

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

B. 2 分析步骤

使用已于 $120\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的称量瓶称取 $1\text{ g}\sim 2\text{ g}$ 试样,精确至 0.000 2 g ,于 $120\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥 4 h 。在干燥器中放置至室温后称量。

B. 3 结果计算

干燥减量的质量分数 w_4 , 按式 (B.1) 计算

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots \dots \dots \quad (\text{B.1})$$

式中：

m_1 ——干燥前试样和称量瓶质量的数值，单位为克(g)；

m_2 ——干燥后试样和称量瓶质量的数值，单位为克(g)；

m ——试样的质量的数值，单位为克 (g)。

实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与算术平均值之比不大于 2%。