

食品工业用助滤剂 硅藻土

1 范围

本标准规定了食品工业用助滤剂硅藻土的分类与型号、技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存要求。

本标准适用于以硅藻土为主要原料,经加工精制而成的食品工业用助滤剂。

2 引用标准

下列标准包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 191—1990 包装储运图示标志

GB 6682—1986 实验室用水规格

GB 14936—1994 硅藻土卫生标准

3 定义

本标准采用下列定义。

松散堆密度:指在特定条件下,单位体积内松散助滤剂的质量。

4 分类与型号

4.1 分类

4.1.1 干燥品

把原料精选后,经自然干燥、粉碎、风选分级制得的产品为干燥品。

4.1.2 焙烧品

把原料精选后,经 800~1200℃焙烧、粉碎、风选分级制得的产品为焙烧品。

4.1.3 助熔焙烧品

把原料精选后加入少量的助熔剂,经 800~1200℃焙烧、粉碎、风选分级制得的产品为助熔焙烧品。

4.2 型号

以上三类又按其渗透率分为各种型号助滤剂,见表 1。

表 1

darcy

| 型 号 | 100 [#] | 500 [#] | 600 [#] | 700 [#] | 1000 [#] | 1200 [#] |
|-----|------------------|------------------|------------------|------------------|-------------------|-------------------|
| 渗透率 | 0.05~0.25 | 0.26~0.60 | 0.61~1.0 | 1.1~3.0 | 3.1~6.0 | 6.1~10.0 |

5 技术要求

5.1 理化要求,见表 2。

表 2

| 项 目 | 种 类 | 干 燥 品 | 焙 烧 品 | 助熔焙烧品 |
|--|-----|--------------------|-----------|-----------|
| | | 灰白色~淡黄色 | 淡黄色~红褐色 | 白色~粉白色 |
| 外 观 | | 粉 末 具有特殊孔结构的硅骨架 | | |
| 水溶物, % | ≤ | 0.3 | 0.2 | 0.5 |
| pH | | 5.5~7.5 | 5.5~9.0 | 7.0~10 |
| 酸溶物, % | ≤ | 3.0 | | |
| 灼烧失重, % | ≤ | 7.0 | 2.0 | |
| 氢氟酸残留物, % | ≤ | 25 | | |
| 真密度, g/cm ³ | | 2.10~2.30 | | |
| 松散堆密度, g/cm ³ | | 0.10~0.19 | 0.10~0.20 | 0.20~0.35 |
| 渗透率 | | 应符合助滤剂型号要求 | | |
| 铁(以 Fe ₂ O ₃ 计), % | ≤ | 2.5 | | |

5.2 卫生要求

按 GB 14936 执行, 见表 3。

表 3

| 项 目 | 种 类 | 干 燥 品 | 焙 烧 品 | 助熔焙烧品 |
|------------------|-----|------------------|-------|-------|
| | | 铅(以 Pb 计), mg/kg | 4.0 | |
| 砷(以 As 计), mg/kg | ≤ | 5.0 | | |

6 试验方法

本方法中所用水, 在未注明其他要求时, 均指符合 GB 6682 中二级以上的水, 本方法中所用试剂, 除注明特殊要求外, 均系分析纯。

6.1 外观

取试样约 1g, 倒在白色滤纸上, 用肉眼观察其颜色, 作好记录。

将少许粉末试样, 置于 200 倍以上的显微镜下观察, 应为具有特殊孔结构的硅骨架。

6.2 水溶物

6.2.1 仪器

- 量筒: 100mL;
- 恒温水浴: 精度 ±3℃;
- 蒸发皿: 150mL;
- 三角漏斗;
- 定量分析滤纸;
- 干燥器: 以硅胶作干燥剂;
- 分析天平: 感量 0.1mg;
- 电热干燥箱: 105℃ ±2℃。

6.2.2 分析步骤

称取于 $105\text{C} \pm 2\text{C}$ 干燥 2h 的试样 10g (称准至 0.2mg), 放入 200mL 烧杯中, 加 100mL 水, 置于沸水浴中加热 2h, 同时补充被蒸发掉的水, 冷却后用定量分析滤纸进行过滤, 将滤纸上的残留物用水分数次洗涤, 收集滤液和洗液, 补加水至 100mL, 摇匀, 备用。取滤液 50mL 于已知恒重的蒸发皿中, 蒸发干固, 然后放入电热干燥箱中, 于 $105\text{C} \pm 2\text{C}$ 下烘干 2h, 取出, 放入干燥器中冷却 30min, 称量。剩下的溶液收集于 50mL 小烧杯中用于测定 pH 值。

6.2.3 计算

$$X_1 = \frac{2(m_2 - m_1)}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中: X_1 ——样品的水溶物, %;

m ——试样的质量, g;

m_1 ——蒸发皿的质量, g;

m_2 ——蒸发皿和残留物的质量, g。

6.2.4 结果的允许差

平行试验测定值之差不得超过 0.01%。

6.3 pH 值

6.3.1 仪器和试剂

—— pH 计: $\pm 0.04\text{pH}$, 附玻璃电极和甘汞电极;

——小烧杯: 50mL;

——标准缓冲溶液: $\text{pH}=4.00$ 和 $\text{pH}=9.22$ 。

6.3.2 分析步骤

6.3.2.1 按照 pH 计说明书所述操作, 用标准缓冲溶液校正仪器。

6.3.2.2 用水冲洗电极 6~8 次, 将电极插入试样 (6.2.2) 剩余溶液杯中, 开启搅拌, 待稳定后读 pH 值, 取两次测定的平均值。

6.3.3 结果的允许差

两次测定值之差不得超过 0.1pH。

6.4 酸溶物

6.4.1 仪器和试剂

——烧杯: 200mL;

——恒温水浴: 精度 $\pm 3\text{C}$;

——布氏漏斗;

——吸滤瓶;

——真空泵;

——容量瓶: 100mL;

——瓷坩埚: 50mL;

——分析天平; 感量 0.1mg;

——电热干燥箱: $105\text{C} \pm 2\text{C}$;

——电热高温炉: $550\text{C} \pm 25\text{C}$;

——盐酸溶液 [$c(\text{HCl})=2\text{mol/L}$]; 按 GB 601 配制;

——硫酸溶液 [$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=1\text{mol/L}$]; 按 GB 601 配制。

6.4.2 分析步骤

称取于 $105\text{C} \pm 2\text{C}$ 干燥 2h 的试样 5g (称准至 0.2mg), 放入 200mL 烧杯中, 加 2mol/L 盐酸溶液 100mL, 在沸水浴上不断摇动加热 1h, 冷却后过滤。将滤纸上的残留物用少量 2mol/L 盐酸洗, 把滤液倒

入 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。从中吸取 10mL 放入已恒重的瓷坩埚中,加入 1mol/L 硫酸溶液 1mL,蒸发干固,再把它加热到 550℃,直至恒重,称量。

6.4.3 计算

$$X_2 = \frac{10(m_2 - m_1)}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中: X_2 ——样品的酸溶物, %;

m ——试样的质量, g;

m_1 ——瓷坩埚的质量, g;

m_2 ——瓷坩埚和残留物的质量, g。

6.4.4 结果的允许差

平行试验测定值之差不应超过 0.04%。

6.5 灼烧失重

6.5.1 仪器

——瓷坩埚;

——电热高温炉: 550℃ ± 25℃;

——恒温干燥箱: 灵敏度 ± 2℃;

——分析天平: 感量 0.1mg。

6.5.2 分板步骤

称取于 105℃ ± 2℃ 干燥 2h 的试样 1~2g (称准至 0.2mg), 放入已恒重的瓷坩埚中, 置于 550 ± 25℃ 电热高温炉中加热, 直至恒重 (前后两次称量之差不超过 0.5mg)。

6.5.3 计算

$$X_3 = \frac{m_2 - m_1}{m_2} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中: X_3 ——样品的灼烧失重, %;

m_2 ——试样的质量, g;

m_1 ——灼烧后试样的质量, g。

6.5.4 结果的允许差

平行试验测定值之差不应超过 0.02%。

6.6 氢氟酸残留物

6.6.1 仪器与试剂

——铂坩埚;

——分析天平: 感量 0.1mg;

——高温表和热电偶;

——砂浴;

——温度计;

——电热干燥箱: 105℃ ± 2℃;

——氢氟酸;

——硫酸。

6.6.2 分析步骤

称取于 105℃ ± 2℃ 干燥 2h 的试样 0.2g (称准至 0.2mg), 放入已恒重的铂坩埚中, 加氢氟酸 5mL 和 1~2 滴硫酸, 于水浴上加热蒸干, 冷却后, 再加入 5mL 氢氟酸, 在砂浴上慢速蒸干 (550℃ 加热 1h), 慢慢升温至 1000~1200℃, 维持 30min, 取下, 冷却至约 100℃ 左右放入干燥器中, 30min 后称量。

6.6.3 计算

$$X_4 = \frac{m_1}{m_2} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中： X_4 ——样品的氢氟酸残留物，%；
 m_2 ——试样的质量，g；
 m_1 ——用氢氟酸处理后残留物的质量，g。

6.6.4 结果的允许差

平行试验测定值之差不应超过 0.05%。

6.7 真密度

6.7.1 仪器与设备

- 密度瓶；
- 分析天平：感量 0.1mg；
- 重蒸蒸馏水；
- 电热干燥箱：105℃±2℃；
- 真空系统。

6.7.2 分析步骤

称取于 105℃±2℃干燥 2h 的试样 0.5g(称准至 0.2mg)，放入已知体积和质量的密度瓶中，然后放进如图 1 真空干燥器中，打开活塞 B 抽真空(注意粉末飞出)，关闭活塞 B 之后，轻轻打开活塞 A，重蒸蒸馏水自动进入密度瓶中，取出密度瓶，盖好盖子，放在 30℃恒温水浴中，恒温 10min，然后再称重。

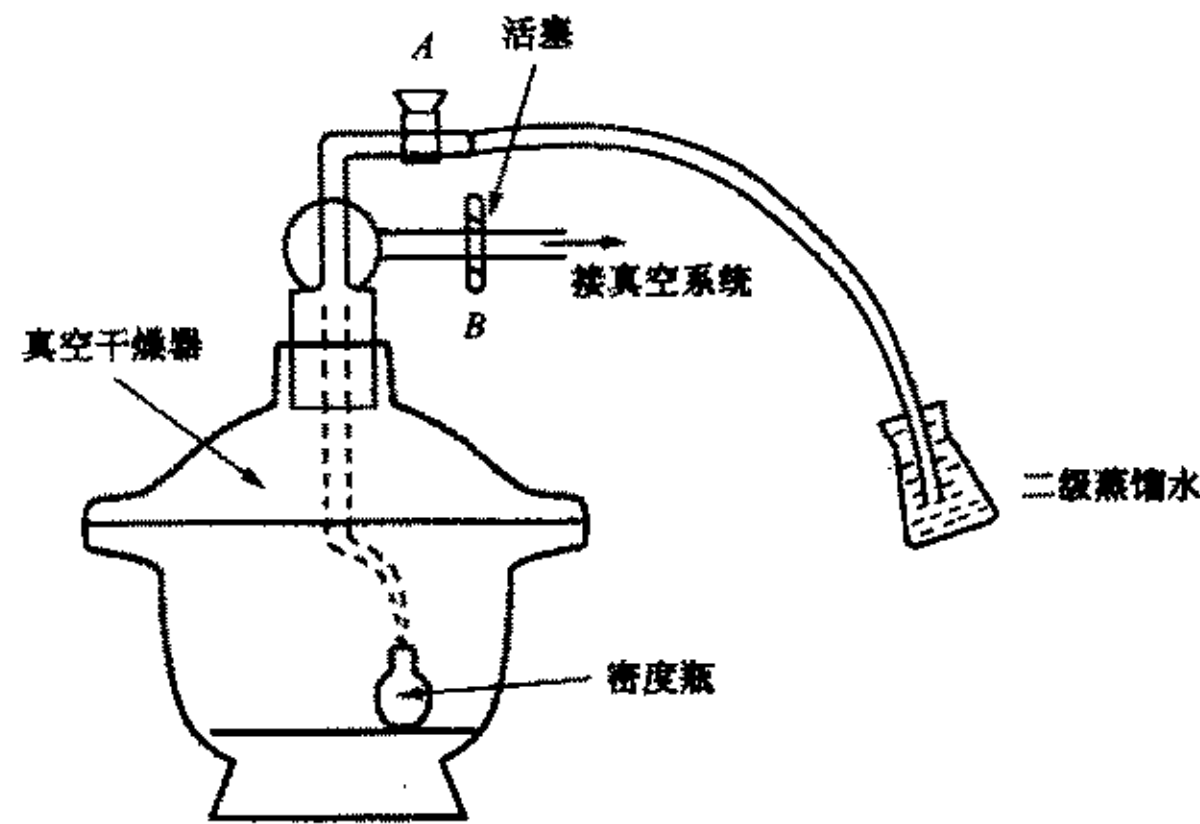


图 1 测定真密度装置

6.7.3 计算

$$X_5 = \frac{m_2 - m_1}{V_2 - V_1} \dots\dots\dots (5)$$

$$V_1 = \frac{m_3 - m_2}{\rho_{\text{水}}} \dots\dots\dots (6)$$

式中： X_5 ——样品的真密度，g/cm³；
 m_2 ——密度瓶加试样的质量，g；
 m_1 ——密度瓶的质量，g；
 m_3 ——密度瓶加试样再加水的质量，g；
 V_1 ——加试样之后再加水的体积，cm³；
 V_2 ——密度瓶的体积，cm³；
 $\rho_{\text{水}}$ ——在一定温度下纯水的密度，g/cm³。

6.7.4 结果的允许差

平行试验测定值之差不应超过 0.01g/cm³。

6.8 松散堆密度

6.8.1 仪器

- 量筒:100mL;
- 扭力天平:感量 0.01g。

6.8.2 分析步骤

向已知质量的 100mL 干燥量筒中,沿量筒口中心连续不断地均匀地倒入于 105±2℃干燥 2h 的试样 80mL,然后从 1.3cm 高处落三次,称其总质量,并测量试样的体积。

6.8.3 计算

$$X_6 = \frac{m_2 - m_1}{80} \dots\dots\dots (7)$$

式中: X_6 ——样品的松散堆密度, g/cm³;

m_2 ——量筒加试样的质量, g;

m_1 ——量筒的质量, g;

80——量筒中试样的体积, cm³。

6.8.4 结果的允许差

平行试验测定值之差不应超过 0.02g/cm³。

6.9 渗透率

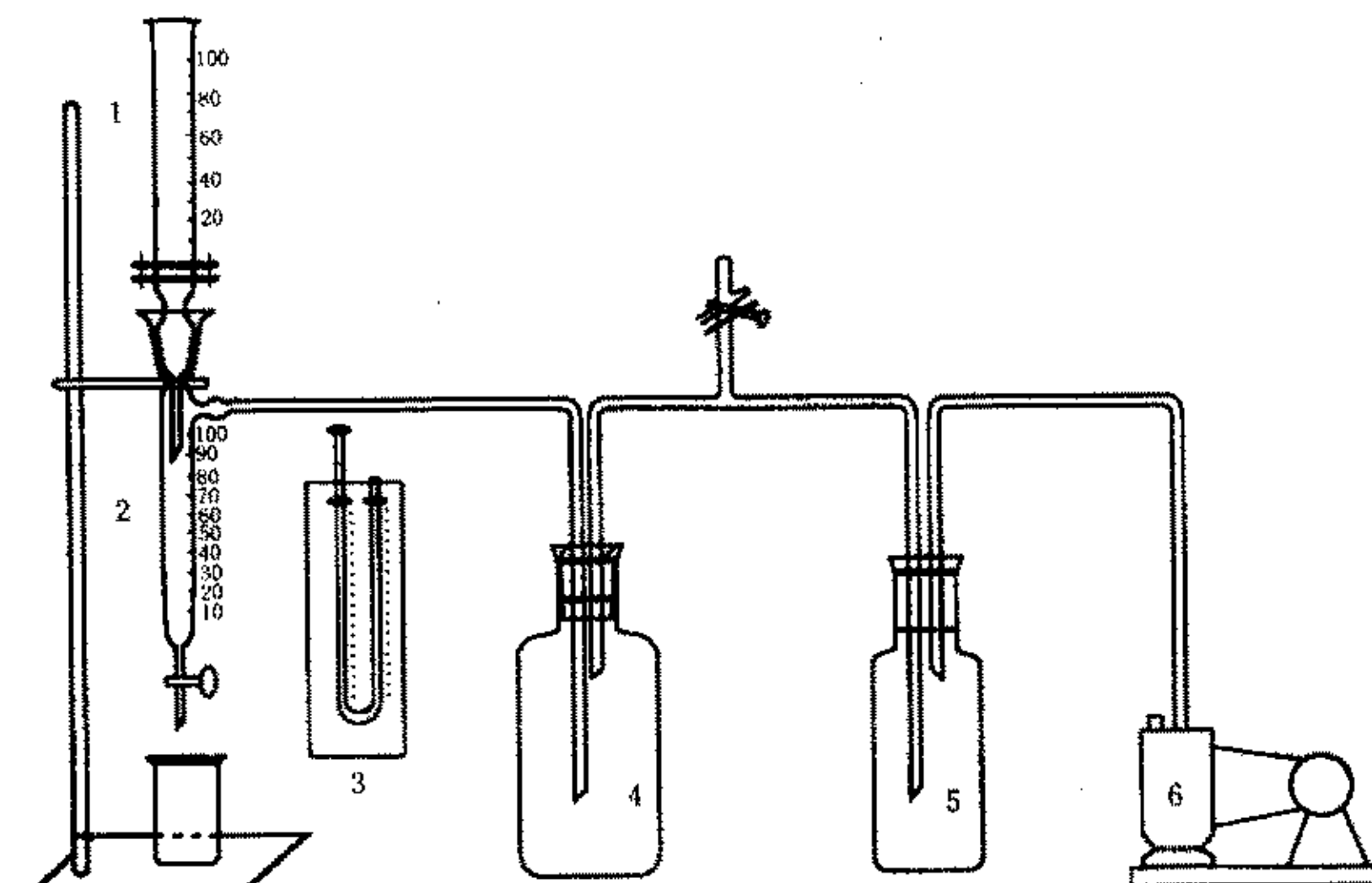
6.9.1 仪器

- 渗透率测试装置一套,如图 2 所示;
- 扭力天平:感量 0.01g;
- 秒表。

6.9.2 分析步骤

称取于 105℃±2℃干燥 2h 的试样 5g(称准至 0.01g),放入 100mL 烧杯中,加入 50mL 蒸馏水,搅拌均匀,倒入 1 号测试管内,并用蒸馏水将烧杯冲洗干净,把冲洗物全部倒入 1 号测试管内。开启真空泵,真空度控制在 7350±98Pa。等到滤饼形成后,再加入 50~60mL 蒸馏水,并同时用秒表计时。

准确记录过滤 40mL 蒸馏水所用的时间,随后马上测量滤饼厚度。



1—1号测试管;2—2号测试管;3—U型玻璃压力表;
4—稳压瓶;5—缓冲瓶;6—真空泵

图 2 渗透率测试装置

6.9.3 计算

$$X_7 = \frac{\eta \times L \times \frac{Q}{t}}{P \times A} \dots\dots\dots (8)$$

式中：X₇——样品的渗透率,darcy(当滤饼厚度为1cm,过滤层的压力降为1Pa,粘度为1厘泊,流量为1cm³,过滤面积为1cm²时的渗透率为1darcy,1darcy=9.87×10⁻¹³m²);

- L——滤饼的厚度,cm;
- Q——滤量,40mL;
- A——过滤面积,3.14cm²;
- P——真空度,Pa;
- t——过滤40mL蒸馏水所用的时间,s;
- η——粘度系数,查表4。

表4 水的温度与粘度系数的关系

| 温度℃ | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 |
|-----|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 0 | 1.794 | 1.732 | 1.674 | 1.619 | 1.568 | 1.519 | 1.473 | 1.429 | 1.387 | 1.348 |
| 10 | 1.310 | 1.274 | 1.239 | 1.206 | 1.175 | 1.145 | 1.116 | 1.088 | 1.060 | 1.034 |
| 20 | 1.009 | 0.984 | 0.960 | 0.938 | 0.916 | 0.894 | 0.874 | 0.855 | 0.836 | 0.816 |
| 30 | 0.800 | 0.783 | 0.767 | 0.751 | 0.735 | 0.720 | 0.706 | 0.692 | 0.679 | 0.666 |

6.10 铅

按 GB 14936 进行检验。

6.11 砷

按 GB 14936 进行检验。

7 检验规则

7.1 组批

同原料、同工艺所生产的,同一厂名、产品名称、规格、商标,同一包装线、同一批号,具有同一质量合格证的产品为一批。

7.2 不合格项目分类

A类不合格项目 铅、砷、水溶物、酸溶物、氢氟酸残留物、灼烧失重、真密度、松散堆密度、渗透率。

B类不合格项目 pH、铁、外观、包装、净重。

7.3 抽样

表5

| 批 量(袋) | 抽取样本数(袋) |
|----------|----------|
| 1~25 | 2 |
| 26~150 | 3 |
| 151~3500 | 5 |

按表5抽取样本,首先检查包装和净重是否符合要求。然后再从每个样本中均匀抽取500g,将所抽

取的样品充分混匀,以对角四分法分为两份,分别装入两个干燥洁净的玻璃瓶中,瓶上注明产品名称、生产厂名、批号、取样日期。一份留存备查,另一份按本标准规定进行各项检测。

7.4 出厂检验(交收检验)

7.4.1 产品出厂前,应由生产厂的质检部门负责按本标准规定逐批进行检验。符合标准要求,并签署质量合格证的产品方可出厂。

7.4.2 出厂检验项目包括:包装、净重、外观、松散堆密度、渗透率。

7.5 型式检验(例行检验)

7.5.1 一般情况下,企业一个月进行一次型式检验,但有下列情况之一时,亦须进行型式检验。

- a. 更改主要原辅材料及配料;
- b. 更改关键工艺;
- c. 新试制的产品或正常生产的产品停产3个月以上重新恢复生产时;
- d. 国家质量监督机构提出要求进行型式检验。

7.5.2 型式检验项目:除出厂检验项目外,还有铅、砷、水溶物、酸溶物、pH、氢氟酸残留物、灼烧失重、真密度、铁。

7.5.3 判定规则

7.5.3.1 当检验结果中,有一项A类不合格项目达不到本标准要求时,则判整批产品为不合格品。

7.5.3.2 当检验结果中,有B类不合格项目达不到本标准要求时,应重新自两倍量的包装中抽取样本,进行复验,以复验结果为准。复验结果中,有两项(含两项)以上B类不合格项目达不到本标准要求时,则判整批产品为不合格品。

8 标志、包装、运输、贮存

8.1 标志

8.1.1 包装袋上应注明:产品名称、生产厂名、厂址、商标、规格、生产日期(批号)、净重、毛重、执行标准编号,并标有“防潮”、“小心轻放”等字样。

8.1.2 储运图示的标志必须符合GB 191的有关规定。

8.2 包装

8.2.1 包装材料必须符合《中华人民共和国食品卫生法》的有关规定。

8.2.2 内包装采用无毒聚乙烯袋,外包装用无毒聚丙烯编织袋,或者用五层无毒牛皮纸袋包装,封口之前必须排气。重量允许公差为±1%。

8.3 运输

8.3.1 产品在运输过程中要防止雨、雪、日晒、高温、受潮、重压和人为损坏。

8.3.2 产品不得与有毒、有害、有异味、有腐蚀性物品及其他污染物混装、混运。

8.3.3 装卸过程中,严禁抛掷和用铁钩提拉。

8.4 贮存

8.4.1 贮存时,必须堆放在清洁干燥处。

8.4.2 贮存过程应防止鼠咬,不得与有毒、有害、异臭物质一起贮存。

附 录 A
(标准的附录)
铁含量的试验方法

A1 仪器

- A1.1 分光光度计;
- A1.2 电热高温炉:600~700℃;
- A1.3 低温电热板;
- A1.4 铂坩埚;
- A1.5 容量瓶:100mL、250mL;
- A1.6 烧杯:300mL;
- A1.7 分析天平:感量 0.1mg。

A2 试剂

- A2.1 硫酸:(1+1)溶液;
- A2.2 盐酸:(1+1)溶液;
- A2.3 氨水:(1+1)溶液;
- A2.4 氢氟酸;
- A2.5 焦硫酸钾;
- A2.6 磺基水杨酸钠溶液:100g/L;
- A2.7 铁标准溶液(1mL 溶液含有 0.1mgFe):按 GB 602 配制。

A3 分析步骤

A3.1 样液制备

称取于 105℃±2℃干燥 2h 的试样 0.5g(称准至 0.1mg)于铂坩埚中,用水润湿,加入 4~5 滴(1+1)硫酸和 5mL 氢氟酸,在通风橱里将铂坩埚置于低温电热板上蒸发至冒白烟。重复处理一次,逐渐升温至白烟驱尽,冷却。加入 3.5~4g 焦硫酸钾,在电炉上熔化,然后移入 600~700℃电热高温炉中熔融 30min 至熔体呈透明状态,冷却。加入 2~3mL(1+1)盐酸,用 150mL 热水(70~80℃)分数次浸出熔块于 300mL 烧杯中,然后转移至 250mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

A3.2 绘制标准曲线

准确吸取铁标准溶液 0,0.5,1.0,2.0,3.0,4.0,5.0,6.0,7.0mL,分别置于 100mL 容量瓶中,用水稀释至约 50mL,加入 100g/L 磺基水杨酸钠溶液 5mL,用(1+1)氨水溶液滴加至溶液由红色变为黄色,过量 2mL,再用水稀释至刻度,摇匀。使用分光光度计,选用 1cm 比色皿,在波长 440nm 下,测铁标准系列溶液的吸光度。

以铁标准系列溶液的浓度对其吸光度绘制标准曲线。

A3.3 样品测定

吸取样液 25mL(视铁含量而定),按 A2.3.2 步骤测其吸光度,同时作试剂空白。根据样液和试剂空白的吸光度,分别从标准曲线上查出铁含量(或用回归方程计算)。

A4 计算

$$X_s = \frac{(c_1 - c_2)}{m \times V_2 / V_1 \times 1000} \times 100$$

式中： X_s ——铁含量(以 Fe_2O_3 计)，%；
 c_1 ——测定时样液中的铁含量， μg ；
 c_2 ——测定时试剂空白中的铁含量， μg ；
 m ——试样的质量，g；
 V_1 ——制备样液的总体积，mL；
 V_2 ——测定用样液的体积，mL。

附 录 B
 (提示的附录)
筛分粒度的试验方法

B1 仪器法

B1.1 原理

采用光透法进行自然重力沉降和离心沉降测试。

B1.2 仪器

掘场 CAPA-300 型自动粒度分布测试装置。

B1.3 分析步骤

按仪器说明书进行测定。

B2 手工法

B2.1 仪器

B2.1.1 标准筛：SSW0.250/0.160(相当于 62 目)、SSW0.100/0.071(相当于 148 目)、SSW0.045/0.032(相当于 330 目)。

B2.1.2 天平：感量 0.1g。

B2.1.3 恒温干燥箱：灵敏度 $\pm 2^\circ\text{C}$ 。

B2.1.4 淋浴喷头。

B2.2 分析步骤

称取三份 10g 试样(称准至 0.1g)，分别放入标准筛(SSW0.250/0.160、SSW0.100/0.071、SSW0.045/0.032)中，然后分别用淋浴喷头水冲，冲至筛下水清为止。将筛上物连同筛子一起放在恒温干燥箱中，于 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥 2h。取出，立即将筛上物全部刮入已知重量的称量瓶中，放入干燥器中，冷却至室温后，称量。

B2.3 计算

$$S = \frac{m_1}{m_2} \times 100$$

式中： S ——一定尺寸的标准筛上物的百分含量，%；

m_1 ——测定后一定尺寸的标准筛上物的质量，g；

m_2 ——试样的质量，g。