



中华人民共和国国家标准

GB 1886.250—2016

食品安全国家标准 食品添加剂 植酸钠

2016-08-31 发布

2017-01-01 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

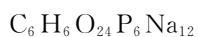
食品添加剂 植酸钠

1 范围

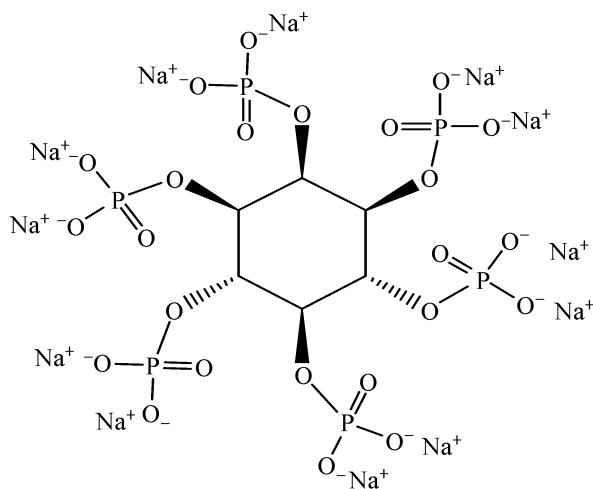
本标准适用于以米糠、玉米芽胚等为原料,经提取、纯化、结晶分离、干燥而成的食品添加剂植酸钠。

2 分子式、结构式和相对分子质量

2.1 分子式



2.2 结构式



2.3 相对分子质量

923.8012(按 2013 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
色泽	白色	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下,观察其色泽、状态和杂质
状态	晶状粉末	
杂质	无可见杂质	

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
植酸钠含量, $w/\%$	\geq 75	附录 A 中 A.3
无机磷, $w/\%$	\leq 0.02	附录 A 中 A.4
氯化物, $w/\%$	\leq 0.01	附录 A 中 A.5
硫酸盐, $w/\%$	\leq 0.01	附录 A 中 A.6
钙盐, $w/\%$	\leq 0.01	附录 A 中 A.7
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq 1.0	GB 5009.12
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	\leq 1.0	GB 5009.11
pH	10~12	附录 A 中 A.8

附录 A 检验方法

A.1 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 的规定制备。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

A.2 鉴别试验

A.2.1 试剂和材料

A.2.1.1 硝酸溶液:1+3。

A.2.1.2 硫酸。

A.2.1.3 过氧化氢。

A.2.1.4 氯化钙溶液:75 g/L。临用前配制。

A.2.1.5 钼酸铵溶液:25 g/L。

A.2.2 鉴别方法

取 1% 试样溶液少许,用硝酸溶液中和,加数滴氯化钙溶液,产生白色沉淀。

取 1% 试样溶液少许,加硫酸 1 mL,加热至完全炭化,再滴加过氧化氢至淡黄色透亮,加钼酸铵溶液显黄色。

A.3 植酸钠含量的测定

A.3.1 方法提要

植酸钠经高氯酸和硝酸消解生成磷酸钠,在硝酸介质中,磷酸与喹钼柠酮试剂反应生成磷钼酸喹啉黄色沉淀,通过过滤、洗涤、干燥后称重,即可计算出样品中的植酸钠含量。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 硝酸。

A.3.2.2 高氯酸。

A.3.2.3 硝酸溶液:1+1。

A.3.2.4 喹钼柠酮试剂:称取 70 g 钼酸钠加 150 mL 水溶解,为溶液 I;称取 60 g 柠檬酸,加入 150 mL 水和 85 mL 硝酸溶解,在搅拌下将溶液 I 倒入其中,为溶液 II;量取 100 mL 水,加入 35 mL 硝酸和 5 mL 喹啉,将混合溶液缓缓倒入溶液 II,放置 24 h,过滤于 1 L 的容量瓶中,加 280 mL 丙酮,用水稀释至刻度,混匀后存放于塑料瓶中,有效期半年。

A.3.2.5 5 号砂芯漏斗。

A.3.3 分析步骤

称取试样约 0.12 g, 精确至 0.000 1 g, 置于 300 mL 锥形瓶中, 加入 15 mL 硝酸和 5 mL 高氯酸, 电炉加热, 逐渐升温, 过程有白烟逸出, 直至溶液透明且剩 2 mL 左右, 停止加热, 冷却至室温。用少量的水冲洗锥形瓶内壁, 将溶液定量转移至 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 得到溶液 A。

移取 20.00 mL 溶液 A 于 300 mL 锥形瓶中, 加入 80 mL 水、20 mL 硝酸溶液和 50 mL 喹钼柠酮试剂, 于沸水中加热陈化至溶液澄清, 冷却至室温。在抽滤装置上以倾泻法过滤, 用少量水多次洗涤沉淀和瓶壁, 将沉淀定量转移至已恒重的砂芯漏斗中。将漏斗置于 $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘箱内干燥 1 h, 于干燥器内冷却至室温, 称量。

A.3.4 结果计算

植酸钠的质量分数 ω_1 , 按式(A.1)计算:

$$\omega_1 = \frac{m_1 \times \frac{M_1}{M_2} \times \frac{M_3}{6 \times M_1}}{m_2 \times 20/100} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

m_1 —— 沉淀物的质量, 单位为克(g);

M_1 —— 磷的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{P}) = 30.974$];

M_2 —— 磷钼酸喹啉的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol) $\{M[(\text{C}_9\text{H}_7\text{N})\text{H}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3] = 2\,212.74\}$;

M_3 —— 植酸钠的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_{24}\text{P}_6\text{Na}_{12}) = 923.801\,2$];

6 —— 植酸钠中磷的个数;

m_2 —— 试样的质量, 单位为克(g);

20 —— 被测试样溶液的体积, 单位为毫升(mL);

100 —— 试样溶液的总体积, 单位为毫升(mL)。

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.4 无机磷的测定

A.4.1 方法提要

在酸性条件下, 加入三氯化铁溶液的植酸钠溶液中的正磷酸盐与钒钼酸生成黄色的磷钒钼酸配合物, 用分光光度计在 420 nm 处测其吸光度值, 根据标准曲线计算样品中无机磷含量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 钒钼酸铵溶液: 称取 40 g 钒钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 400 mL 水中, 得到溶液 A。称取 1.0 g 偏钒酸铵 (NH_4VO_3) , 溶于 300 mL 水和 80 mL 浓硫酸的混合溶剂中, 得到溶液 B。将溶液 A 加入溶液 B 中, 用试剂水稀释至 1 L。

A.4.2.2 三氯化铁溶液: 10 g/L。

A.4.2.3 磷酸盐标准储备液: 称取 4.386 5 g 于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥 1 h 的磷酸二氢钾标准试剂, 溶于 100 mL 水中, 并转移到 1 L 容量瓶中, 用试剂水稀释至刻度, 摇匀。此溶液浓度为 1.0 mg/mL。

A.4.2.4 磷酸盐标准工作液: 准确吸取 10.0 mL 标准储备液, 至 100 mL 容量瓶中, 用试剂水稀释至刻度, 摇匀。此溶液浓度为 0.10 mg/mL。

A.4.3 仪器和设备

分光光度计。

A.4.4 分析步骤

A.4.4.1 测定

称取约 1 g 试样,精确至 0.001 g,加 20 mL 水溶解,加入 2 mL 三氯化铁溶液,加水定容至 50 mL; 10 °C、7 500 r/min 离心 5 min。取 5 mL 上清液,加 15 mL 水和 10 mL 钒钼酸铵溶液,摇匀,静置 2 min 后于 420 nm 处测其吸光度。

A.4.4.2 配制磷标准溶液并绘制标准曲线

分别移取 0 μL、50 μL、100 μL、200 μL、500 μL、1 000 μL、2 000 μL 磷酸盐标准工作液,加入 200 μL 三氯化铁溶液,加水至 20 mL,加入 10 mL 钒钼酸铵溶液,摇匀,静置 2 min 后于 420 nm 处分别测其吸光度。

A.4.5 结果计算

无机磷的质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{m_4 \times 10^{-6}}{m_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

m_4 ——由标准曲线查得的试样测试液中的无机磷的质量,单位为微克(μg);

10^{-6} ——质量换算系数;

m_3 ——试样测试液中植酸钠的质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准,保留 2 位小数。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.5 氯化物的测定

A.5.1 方法提要

在酸性条件下,植酸钠溶液中的氯离子与硝酸银溶液生成白色硝酸银沉淀,用目测法与标准溶液比较浊度。

A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 硝酸溶液:1+4。

A.5.2.2 硝酸银溶液:0.1 mol/L。

A.5.2.3 氯化物标准溶液:0.1 mg/mL。

A.5.3 分析步骤

称取试样 1.0 g,精确至 0.01 g,置于 25 mL 比色管中,加 15 mL 水,用硝酸溶液中和至 pH=7。加 1 mL 硝酸溶液使溶液酸化,再加入 1 mL 0.1 mol/L 硝酸银溶液,定容至 25 mL,摇匀于暗处放置 10 min。取 1.0 mL 氯化物标准溶液至 25 mL 比色管中,加入 15 mL 水,其余步骤同试样液处理。观察样品的浊度,不应深于标准溶液。

A.6 硫酸盐的测定

A.6.1 方法提要

在酸性条件下,植酸钠溶液中的硫酸根离子与氯化钡溶液生成硫酸钡沉淀,用目测法与标准溶液比较浊度。

A.6.2 试剂和材料

A.6.2.1 硝酸溶液:1+3。

A.6.2.2 硫酸盐标准溶液:0.1 mg/mL。

A.6.3 分析步骤

称取试样 1.0 g(精确至 0.01 g),置于 25 mL 比色管中,加 20 mL 水,用硝酸溶液中和至 pH=7。其余按 GB/T 9728 的规定进行。取 1.0 mL 硫酸盐标准溶液至 25 mL 比色管中,加入 20 mL 水,其余步骤同试样液处理。观察样品的浊度,不应深于标准溶液。

A.7 钙盐的测定

A.7.1 方法提要

在乙酸介质中,微量钙离子与草酸根离子生成难溶的草酸钙悬浮体,用目测法与标准溶液比较浊度。

A.7.2 试剂和材料

A.7.2.1 乙酸溶液。

A.7.2.2 硝酸溶液:1+3。

A.7.2.3 草酸铵溶液:40 g/L。

A.7.2.4 钙标准溶液: $c(\text{Ca})=0.1 \text{ mg/mL}$ 。

A.7.3 分析步骤

称取试样 1.0 g,精确至 0.01 g,置于 25 mL 比色管中,加 10 mL 水,用硝酸溶液中和至 pH=7。加 1 mL 乙酸和 5 mL 草酸铵溶液,用水稀释至刻度,放置 10 min。取 1.0 mL 钙标准溶液至 25 mL 比色管中,加入 10 mL 水,其余步骤同试样液处理。观察样品的浊度,不应深于标准溶液。

A.8 pH 的测定

称取试样约 1.0 g,精确至 0.01 g,加 100.0 mL 水溶解后,其余按 GB/T 9724 的规定进行。
