

中华人民共和国国家标准

GB 1886.328—2021

食品安全国家标准

食品添加剂 焦磷酸二氢二钠

2021-02-22 发布

2021-08-22 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 25567—2010《食品安全国家标准 食品添加剂 焦磷酸二氢二钠》。

本标准与 GB 25567—2010 相比,主要变化如下:

- 修改了范围;
- 修改了焦磷酸二氢二钠含量、水不溶物指标值;
- 将“氟化物(以 F 计)”修改为“氟(F)”;
- 将氟的检验方法修改为 GB/T 5009.18;
- 将铅的检验方法修改为 GB 5009.12 或 GB 5009.75;
- 将砷的检验方法修改为 GB 5009.76 或 GB 5009.11。

食品安全国家标准

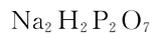
食品添加剂 焦磷酸二氢二钠

1 范围

本标准适用于以碳酸钠(或氢氧化钠、磷酸二氢钠)和食品添加剂磷酸(含湿法磷酸)为原料生产的食品添加剂焦磷酸二氢二钠。

2 分子式和相对分子质量

2.1 分子式



2.2 相对分子质量

221.94 (按 2018 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 50 mL 烧杯中,在自然光下观察色泽和状态
状态	粉末	

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
焦磷酸二氢二钠($\text{Na}_2\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7$)含量, $w/\%$	\geq 94.0	附录 A 中 A.3
水不溶物, $w/\%$	\leq 0.6	附录 A 中 A.4
pH(10 g/L 水溶液)	4.0 ± 0.5	附录 A 中 A.5
氟(F)/(mg/kg)	\leq 50.0	GB/T 5009.18
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq 2.0	附录 A 中 A.6
砷(As)/(mg/kg)	\leq 3.0	附录 A 中 A.7
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	\leq 10	附录 A 中 A.8

附录 A 检验方法

警示：本检验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作时应小心谨慎！必要时，应在通风橱中进行。如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。

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.2 鉴别试验

A.2.1 试剂和材料

A.2.1.1 盐酸。

A.2.1.2 硝酸溶液：1+9。

A.2.1.3 喹钼柠酮溶液。

A.2.2 鉴别方法

A.2.2.1 焦磷酸根的鉴别

焦磷酸根的鉴别按下列方法进行：

- a) 试样溶液：将 0.1 g 试样溶于 100 mL 硝酸溶液中；
- b) 试验溶液 A：于 30 mL 喹钼柠酮溶液中滴入 0.5 mL 试样溶液；
- c) 试验溶液 B：将剩余的试样溶液于 95 °C 加热 10 min，取 0.5 mL 此溶液滴入 30 mL 喹钼柠酮溶液中；
- d) 判定：试验溶液 B 立即形成黄色沉淀，试验溶液 A 则不出现。

A.2.2.2 钠离子的鉴别

称取 1 g 试样，加 20 mL 水溶解。用铂丝环蘸盐酸，在火焰上燃烧至无色。再蘸取试验溶液在火焰上燃烧，火焰应呈深黄色。

A.3 焦磷酸二氢二钠($\text{Na}_2\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7$)含量的测定

A.3.1 方法提要

试样在酸性条件下与硫酸锌反应生成焦磷酸锌沉淀和硫酸，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定生成的硫酸，计算出焦磷酸二氢二钠含量。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 盐酸溶液：1+10。

A.3.2.2 硫酸锌溶液：125 g/L。称取 125 g 硫酸锌($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)溶解于水并稀释至 1 000 mL，在酸

度计上用硫酸溶液(1+500)或氢氧化钠标准滴定溶液(A.3.2.4)将溶液 pH 调至 3.8。

A.3.2.3 无水焦磷酸钠(三次重结晶焦磷酸钠),按下列方法进行制备:

- 第一次结晶:称取 30 g 工业无水焦磷酸钠置于 400 mL 烧杯中,加 100 mL 水,加热溶解,用中速定量滤纸过滤。将滤液在冷水浴中冷却,析出结晶,倾出溶液,用少量水洗涤结晶两次;
- 第二次结晶:将第一次结晶用少量水加热溶解,在冷水浴中冷却,析出结晶,倾出溶液;
- 第三次结晶:将第二次结晶按第一次结晶方法再结晶一次;
- 将焦磷酸钠从水中重结晶三次后置于瓷坩埚中,在 400 °C 下灼烧至质量恒定;
- 如果使用十水焦磷酸钠,则称取 80 g,按第一次和第二次结晶方法操作。

A.3.2.4 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$,按下列方法进行标定和计算:

- 标定:称取约 0.3 g 无水焦磷酸钠,精确至 0.000 2 g。置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 不含二氧化碳的水溶解。在搅拌下滴加盐酸溶液(pH 接近 3.8 时,用水适当稀释部分盐酸溶液)调至溶液 pH 为 3.8,然后按 A.3.4 所述步骤,从“加入 25 mL 硫酸锌溶液……”开始进行标定;
- 每毫升氢氧化钠标准滴定溶液相当于焦磷酸二氢二钠的克数 ρ 按式(A.1)计算。

$$\rho = \frac{0.8345 \times m}{V} \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

0.834 5——焦磷酸钠换算为焦磷酸二氢二钠的系数;

m ——无水焦磷酸钠的质量,单位为克(g);

V ——标定中消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

A.3.3 仪器和设备

酸度计:分辨率为 0.02 pH。配有玻璃电极和饱和甘汞电极(或复合电极)。

A.3.4 分析步骤

称取约 0.3 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 150 mL 烧杯中,加入 50 mL 不含二氧化碳的水,加热使试样全部溶解。冷至室温后,在酸度计上用盐酸溶液(pH 接近 3.8 时,可用水适当稀释部分盐酸溶液)调至溶液 pH 为 3.8。加入 25 mL 硫酸锌溶液,搅拌 3 min。在搅拌下用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液的 pH 为 3.8,即到终点。

A.3.5 结果计算

焦磷酸二氢二钠的质量分数 ω_1 按式(A.2)计算。

$$\omega_1 = \frac{\rho \times V_1}{m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

式中:

ρ ——每毫升氢氧化钠标准滴定溶液相当于焦磷酸二氢二钠,单位为克每毫升(g/mL);

V_1 ——滴定试验溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_1 ——试样的质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。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.4 水不溶物的测定

A.4.1 仪器和设备

A.4.1.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径为 5 μm ~15 μm 。

A.4.1.2 电热恒温干燥箱:控温范围为 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A.4.2 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.01 g,置于 400 mL 烧杯中,加 200 mL 水并加热溶解,用预先于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热恒温干燥箱中烘至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤,用热水洗涤至滤液呈中性,用 pH 试纸检验。将玻璃砂坩埚连同水不溶物置于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热恒温干燥箱中,烘至质量恒定。

A.4.3 结果计算

水不溶物的质量分数 w_2 按式(A.3)计算。

$$w_2 = \frac{m_2 - m_3}{m_4} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

m_2 ——水不溶物和玻璃砂坩埚的质量,单位为克(g);

m_3 ——玻璃砂坩埚的质量,单位为克(g);

m_4 ——试料的质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。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 0.1%。

A.5 pH(10 g/L 水溶液)的测定

A.5.1 仪器和设备

酸度计:分辨率为 0.01pH,配有玻璃电极和饱和甘汞电极(或复合电极)。

A.5.2 分析步骤

称取 $1.0\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于 150 mL 烧杯中,加 100 mL 水溶解,用已校正过的酸度计进行测定。

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 0.1。

A.6 铅(Pb)的测定

按 GB 5009.12 或 GB 5009.75 规定的方法进行测定。试验中所用水为 GB/T 6682 规定的二级水。

A.7 砷(As)的测定

按 GB 5009.76 或 GB 5009.11 规定的方法进行测定,试验中所用水为 GB/T 6682 规定的二级水。

A.8 重金属(以 Pb 计)的测定

按 GB 5009.74 规定的方法进行测定,试验中所用水为 GB/T 6682 规定的二级水。