



中华人民共和国国家标准

GB 1886.339—2021

食品安全国家标准 食品添加剂 焦磷酸钠

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 25557—2010《食品安全国家标准 食品添加剂 焦磷酸钠》。

本标准与 GB 25557—2010 相比,主要变化如下:

- 修改了范围;
- 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 5009.75 或 GB 5009.12;
- 将砷的检验方法修改为 GB 5009.76 或 GB 5009.11;
- 将重金属的检测方法修改为 GB 5009.74。

食品安全国家标准

食品添加剂 焦磷酸钠

1 范围

本标准适用于以碳酸钠(或氢氧化钠)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钠。

2 分子式和相对分子质量

2.1 分子式

无水焦磷酸钠: $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$

十水合焦磷酸钠: $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

2.2 相对分子质量

无水焦磷酸钠:265.91(按 2018 年国际相对原子质量)

十水合焦磷酸钠:446.07(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	粉末或结晶	

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
十水合焦磷酸钠($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), $\omega/\%$	\geq 98.0	附录 A 中 A.3
无水焦磷酸钠($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$), $\omega/\%$	96.5~100.5	

表 2 (续)

项 目		指 标	检验方法
灼烧减量, $w/\%$	十水合焦磷酸钠	38.0~42.0	附录 A 中 A.4
	无水焦磷酸钠 \leq	0.5	
水不溶物, $w/\%$	\leq	0.2	附录 A 中 A.5
pH(10 g/L 溶液)		9.9~10.7	附录 A 中 A.6
正磷酸盐		通过试验	附录 A 中 A.7
氟(F)/(mg/kg)	\leq	50.0	GB/T 5009.18
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq	4.0	附录 A 中 A.8
砷(As)/(mg/kg)	\leq	3.0	附录 A 中 A.9
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	\leq	10	附录 A 中 A.10

附录 A 检验方法

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，操作时应小心谨慎！如溅到皮肤或眼睛上应立即用大量水冲洗，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、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：按 HG/T 3696.3 要求进行配制。

A.2.1.4 铂丝环。

A.2.2 鉴别方法

A.2.2.1 钠离子

称取 1 g 试样，加 20 mL 水溶解，用盐酸润湿铂丝环后，在无焰火焰上燃烧至无色，再蘸取试液在无焰火焰中燃烧，火焰应呈亮黄色。

A.2.2.2 焦磷酸根离子

A.2.2.2.1 试样溶液：将 0.1 g 试样溶于 100 mL 硝酸溶液中。

A.2.2.2.2 试验溶液 A：于 30 mL 喹钼柠酮溶液中滴入 0.5 mL 试样溶液。

A.2.2.2.3 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。

A.2.2.2.4 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.3 焦磷酸钠的测定

A.3.1 方法提要

焦磷酸钠与盐酸反应生成焦磷酸二氢二钠，向溶液中加入硫酸锌，定量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，再根据氢氧化钠标准滴定溶液的消耗量计算出焦磷酸钠的含量。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 盐酸溶液：1+10。

A.3.2.2 盐酸溶液:1+100。

A.3.2.3 硫酸锌溶液:125 g/L,将 125 g 硫酸锌($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)溶解于水,用水稀释至 1 L,在 pH 计上,根据显示的 pH,用硫酸溶液(1+500)或氢氧化钠溶液(6 g/L)将 pH 调至 3.8。

A.3.2.4 无水焦磷酸钠。

a) 以工业无水焦磷酸钠为原料的制备方法:

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:将第二次结晶按第二次结晶方法再结晶一次。

b) 以试剂十水合焦磷酸钠为原料的制备方法:

称取 80 g 试剂十水合焦磷酸钠,按 a)中第一次和第二次结晶方法操作。

将上述方法重结晶的焦磷酸钠置于瓷坩埚中,于 400 °C 下灼烧至质量恒定。

A.3.2.5 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

标定:称取约 0.5 g 无水焦磷酸钠(A.3.2.4),精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加 90 mL 水溶解,在搅拌下加入盐酸溶液(A.3.2.1、A.3.2.2)调至溶液 pH 为 3.8。加入 50 mL 硫酸锌溶液,搅拌 5 min,在搅拌下用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液的 pH 接近 3.6 停止滴定,搅拌 2 min 使溶液达到平衡,继续滴定至 pH 为 3.8,此时每加一滴后要搅拌 30 s。

每毫升 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液相当于焦磷酸钠的克数 ρ ,单位为克每毫升(g/mL),按式(A.1)计算。

$$\rho = \frac{m_1}{V_1} \quad \dots\dots\dots(\text{A.1})$$

式中:

m_1 ——称取无水焦磷酸钠的质量,单位为克(g);

V_1 ——在标定中消耗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

A.3.3.1 电位滴定仪或 pH 计:分辨率为 0.01 mV 或 0.02pH。

A.3.3.2 电磁搅拌器。

A.3.4 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g,将试样溶于水,转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度并摇匀,必要时过滤。

用移液管移取 50 mL 试验溶液置于 250 mL 烧杯中,加 40 mL 水,在搅拌下慢慢加入盐酸溶液调至溶液 pH 为 3.8,然后按 A.3.2.5 中所述步骤,从“加入 50 mL 硫酸锌溶液……”开始进行操作。

A.3.5 结果计算

十水合焦磷酸钠($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)的质量分数 ω_1 按式(A.2)计算。

$$\omega_1 = \frac{\rho \times V_2 \times 1.678 \times 10}{m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(\text{A.2})$$

无水焦磷酸钠($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$)的质量分数 ω_2 按式(A.3)计算。

$$\omega_2 = \frac{\rho \times V_2 \times 10}{m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(\text{A.3})$$

式中:

ρ ——每毫升 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液相当于焦磷酸钠的克数,单位为克每毫升 (g/mL);

V_2 ——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);

1.678 ——无水焦磷酸钠换算为十水合焦磷酸钠的系数;

10 ——稀释倍数;

m_2 ——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 灼烧减量的测定

A.4.1 仪器和设备

A.4.1.1 电热恒温干燥箱:控温范围为 $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A.4.1.2 高温炉:控温范围为 $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A.4.1.3 瓷坩埚。

A.4.2 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧至质量恒定的瓷坩埚中,于 $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下烘 4 h,再移入 $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中灼烧 30 min,于干燥器中冷却至室温,称量。

A.4.3 结果计算

灼烧减量的质量分数 w_3 按式(A.4)计算。

$$w_3 = \frac{m_3 - m_4}{m_5} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

m_3 ——灼烧前试样和瓷坩埚的质量,单位为克(g);

m_4 ——灼烧后试样和瓷坩埚的质量,单位为克(g);

m_5 ——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为:十水合焦磷酸钠不大于 0.1%;无水焦磷酸钠不大于 0.02%。

A.5 水不溶物的测定

A.5.1 仪器和设备

A.5.1.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径 $5\text{ }\mu\text{m} \sim 15\text{ }\mu\text{m}$ 。

A.5.1.2 电热恒温干燥箱:控温范围为 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A.5.2 分析步骤

称取约 20 g 试样,精确至 0.01 g,置于 400 mL 烧杯中,加 200 mL 水,加热溶解。趁热用 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm$

2 ℃ 干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,用热水洗涤至滤液呈无碱性。将玻璃砂坩埚和水不溶物置于 105 ℃ ± 2 ℃ 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

A.5.3 结果计算

水不溶物的质量分数 w_4 按式(A.5)计算。

$$w_4 = \frac{m_6 - m_7}{m_8} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.5)$$

式中:

m_6 ——水不溶物和玻璃砂坩埚的质量,单位为克(g);

m_7 ——玻璃砂坩埚的质量,单位为克(g);

m_8 ——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 0.02%。

A.6 pH(10 g/L 溶液)的测定

A.6.1 试剂和材料

无二氧化碳的水。

A.6.2 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.6.3 分析步骤

称取 1.00 g ± 0.01 g 试样,置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 无二氧化碳的水溶解。在室温下用已校准的酸度计测量试样溶液的 pH。

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 正磷酸盐试验

A.7.1 试剂和材料

硝酸银溶液(17 g/L)。

A.7.2 分析步骤

称取 1.0 g 研成粉末的试样,加 2 滴~3 滴硝酸银溶液(17 g/L),不应产生明显的黄色。

A.8 铅(Pb)的测定

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

A.9 砷(As)的测定

按 GB 5009.76 或 GB 5009.11 规定的方法进行测定。试验用水为 GB/T 6682 中规定的二级水。

A.10 重金属(以 Pb 计)的测定

按 GB 5009.74 规定的方法进行测定。试验用水为 GB/T 6682 中规定的二级水。
