

中华人民共和国国家标准

GB 1886.340—2021

食品安全国家标准

食品添加剂 焦磷酸四钾

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 25562—2010《食品安全国家标准 食品添加剂 焦磷酸四钾》。

本标准与 GB 25562—2010 相比,主要变化如下:

- 修改了范围;
- 修改了焦磷酸四钾含量指标“以干基计”;
- 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;
- 将重金属的检验方法修改为 GB 5009.74。

食品安全国家标准

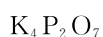
食品添加剂 焦磷酸四钾

1 范围

本标准适用于以氢氧化钾和食品添加剂磷酸(含湿法磷酸)为原料生产的食品添加剂焦磷酸四钾。

2 分子式和相对分子质量

2.1 分子式



2.2 相对分子质量

330.34(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	粉末或颗粒	

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
焦磷酸四钾($\text{K}_4\text{P}_2\text{O}_7$)(以干基计)含量, $w/\%$	\geq 95.0	附录 A 中 A.3
灼烧减量, $w/\%$	\leq 0.5	附录 A 中 A.4
水不溶物, $w/\%$	\leq 0.1	附录 A 中 A.5
pH(10 g/L 水溶液)	10.5 ± 0.5	附录 A 中 A.6
氟(F)/(mg/kg)	\leq 10.0	GB/T 5009.18
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq 2.0	附录 A 中 A.7
砷(As)/(mg/kg)	\leq 3.0	附录 A 中 A.8
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	\leq 10	附录 A 中 A.9

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.2.1.4 铂丝环。

A.2.2 鉴别方法

A.2.2.1 钾离子的鉴别

取少量试样约 0.1 g，加 10 mL 水溶解。用铂丝环蘸盐酸，在火焰上燃烧至无色。再蘸取试液在火焰上燃烧，在钴玻璃观察下火焰应呈紫色。

A.2.2.2 焦磷酸根的鉴别

焦磷酸根的鉴别按下列方法进行：

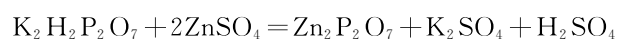
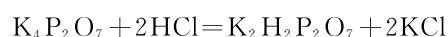
- a) 试样溶液：将 0.1 g 试样溶于 100 mL 硝酸溶液中；
- b) 试验溶液 A：于 30 mL 喹钼柠酮溶液中滴入 0.5 mL 试样溶液；
- c) 试验溶液 B：将剩余的试样溶液于 95 °C 加热 10 min，取 0.5 mL 此溶液滴入 30 mL 喹钼柠酮溶液中；
- d) 判定：试验溶液 B 立即形成黄色沉淀，试验溶液 A 则不出现。

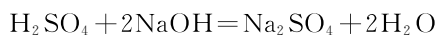
A.3 焦磷酸四钾(K₄P₂O₇) (以干基计)含量的测定

A.3.1 方法提要

焦磷酸四钾与盐酸反应生成焦磷酸二氢二钾，加入硫酸锌，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。

反应式如下：





A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 盐酸溶液:1+20。

A.3.2.2 盐酸溶液:1+100。

A.3.2.3 硫酸锌溶液:125 g/L。称取 125 g 硫酸锌,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.3.2.5)将溶液 pH 调至 3.8。

A.3.2.4 无水焦磷酸钠,按下列方法进行制备:

- a) 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;
- b) 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;
- c) 第三次结晶:将第二次结晶按第 1 次结晶方法再结晶一次;
- d) 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;
- e) 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.3.2.5 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:

- a) 标定:称取约 0.5 g 无水焦磷酸钠,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 水溶解。在酸度计上,在搅拌下慢慢加入适当浓度盐酸溶液(A.3.2.1 或 A.3.2.2)直至溶液 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,此时每加一滴后要搅拌 30 s,至 pH 3.8 为终点。
- b) 每毫升氢氧化钠标准滴定溶液相当于焦磷酸钠的克数 ρ 按式(A.1)计算。

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

式中:

m ——称取无水焦磷酸钠的质量,单位为克(g);

V ——滴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 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.3.3.2 磁力搅拌器。

A.3.4 分析步骤

A.3.4.1 试样溶液的制备

称取约 5 g 按 A.4.2 步骤处理的试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 水溶解,转移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

A.3.4.2 测定

用移液管取 50 mL 试样溶液,置于 250 mL 烧杯中,加 40 mL 水,以下按 A.3.2.5 从“在搅拌下慢慢加入适当浓度盐酸溶液(A.3.2.1 或 A.3.2.2)直至溶液 pH 为 3.8……”开始,到“……此时每加 1 滴溶液后要搅拌 30 s,至 pH3.8 为终点”为止进行操作。

A.3.5 结果计算

焦磷酸四钾的质量分数 w_1 按式 (A.2) 计算。

$$\omega_1 = \frac{\rho \times V_1 \times 1.242}{m_1 \times (50/500)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

- ρ ——每毫升氢氧化钠标准滴定溶液相当于无水焦磷酸钠的克数,单位为克每毫升(g/mL);
- V_1 ——滴定试验溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 1.242 ——无水焦磷酸钠换算为焦磷酸四钾的系数;
- m_1 ——试样的质量,单位为克(g);
- 50 ——移取的试样溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 500 ——试样溶液的体积,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 0.3%。

A.4 灼烧减量的测定

A.4.1 仪器和设备

高温炉:控温范围为 800 °C ± 20 °C。

A.4.2 分析步骤

用预先在 800 °C ± 20 °C 灼烧至质量恒定的瓷坩埚称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g。将盛有样品的瓷坩埚置于 800 °C ± 20 °C 高温炉中灼烧 30 min,取出后,置于干燥器中冷却,称量。

A.4.3 结果计算

灼烧减量的质量分数 ω_2 按式(A.3)计算。

$$\omega_2 = \frac{m_2 - m_3}{m_4} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

- m_2 ——瓷坩埚和试料的质量,单位为克(g);
- m_3 ——瓷坩埚和灼烧后试料的质量,单位为克(g);
- m_4 ——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.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:滤板孔径为 5 μm ~ 15 μm。

A.5.1.2 电热恒温干燥箱:控温范围为 105 °C ± 2 °C。

A.5.2 分析步骤

称取约 20 g 试样,精确至 0.01 g,置于 500 mL 烧杯中,加 400 mL 热水溶解,用预先在 105 °C ± 2 °C 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤。用热水洗涤残渣至中性(用精密 pH 试纸检验)。将玻璃砂坩埚置于 105 °C ± 2 °C 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_3 按式(A.4)计算。

$$w_3 = \frac{m_5 - m_6}{m_7} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中：

m_5 ——玻璃砂坩埚和水不溶物的质量,单位为克(g)；

m_6 ——玻璃砂坩埚的质量,单位为克(g)；

m_7 ——试样的质量,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.01%。

A.6 pH(10 g/L 水溶液)的测定

A.6.1 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.6.2 分析步骤

称取 1.0 g±0.01 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.7 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.8 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.9 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。