



中华人民共和国国家标准

GB 1886.348—2021

食品安全国家标准

食品添加剂 焦磷酸一氢三钠

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

食品安全国家标准

食品添加剂 焦磷酸一氢三钠

1 范围

本标准适用于以焦磷酸二氢二钠或磷酸(包括湿法磷酸)与氢氧化钠为原料,经反应制得的食物添加剂焦磷酸一氢三钠。

2 化学名称、分子式、相对分子质量

2.1 化学名称

焦磷酸一氢三钠、焦磷酸三钠、二磷酸三钠

2.2 分子式

$\text{Na}_3\text{HP}_2\text{O}_7 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ($n=0$ 或 1)

2.3 相对分子质量

无水焦磷酸一氢三钠:243.93(按 2018 年国际相对原子质量)

一水焦磷酸一氢三钠:261.94(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	取适量试样均匀置于清洁、干燥的白瓷盘或透明烧杯中,在自然光下观察其色泽和状态
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	
	无水型 ($\text{Na}_3\text{HP}_2\text{O}_7$)	一水型 ($\text{Na}_3\text{HP}_2\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$)		
焦磷酸一氢三钠含量(以灼烧干基计), $\omega/\%$	93.0~100.5		附录 A 中 A.3	
总磷酸盐(以 P_2O_5 计), $\omega/\%$	57.0~59.0	53.0~55.0	GB/T 23843	
水不溶物, $\omega/\%$	\leq	0.2	附录 A 中 A.4	
氟化物(以 F 计)/(mg/kg)	\leq	10	GB/T 5009.18	
灼烧减量, $\omega/\%$	\leq	4.5	11.5	附录 A 中 A.5
干燥减量, $\omega/\%$	\leq	0.5	1.0	附录 A 中 A.6
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq	2.0		附录 A 中 A.7
砷(以 As 计)/(mg/kg)	\leq	3.0		GB 5009.76 或 GB 5009.11
镉(Cd)/(mg/kg)	\leq	1.0		GB 5009.15
pH(10 g/L 溶液)		6.7~7.5		GB/T 9724
正磷酸盐		通过实验		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未注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准溶液、杂质测定用标准溶液、制剂和制品在未注明其他要求时,均按 GB/T 601、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+1。

A.2.1.2 喹钼柠酮溶液。

A.2.2 分析步骤

A.2.2.1 焦磷酸根的鉴别

称取 0.1 g 试样,置于烧杯中,加 100 mL 硝酸溶液并搅拌溶解,所得溶液为试验溶液 A。量取 0.5 mL 试验溶液 A,滴入 30 mL 喹钼柠酮溶液中,所得溶液为试验溶液 B;将剩余的试验溶液 A 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,所得溶液为试验溶液 C。

判定:试验溶液 C 立即形成黄色沉淀,试验溶液 B 则不出现。

A.2.2.2 钠离子的鉴别

称取 1 g 试样,置于烧杯中,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,火焰应呈亮黄色。

A.3 焦磷酸一氢三钠含量(以灼烧干基计)的测定

A.3.1 方法提要

焦磷酸一氢三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一氢三钠的含量。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 硫酸锌($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)。

A.3.2.2 硫酸溶液:1+500。

A.3.2.3 氢氧化钠溶液:6 g/L。

A.3.2.4 盐酸溶液:1+20。

A.3.2.5 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.3.2.6 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.3.3 仪器和设备

A.3.3.1 电位滴定仪或 pH 计:分度值不大于 0.02 mV。

A.3.3.2 电磁搅拌器。

A.3.3.3 电子天平,精度为 0.000 1 g。

A.3.4 分析方法

称取试样约 5 g,精确至 0.000 1 g,将试样溶于水,转移至 500 mL 容量瓶中,定容至刻度并摇匀,必要时过滤。用移液管移取 50.0 mL 试样溶液置于 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。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试样溶液的 pH 接近 3.6 时停止滴定,搅拌 2 min 使溶液达到平衡。此后继续滴定,每滴加一滴搅拌约 30 s,pH 达到 3.8,即为终点。

A.3.5 结果计算

焦磷酸一氢三钠含量(以灼烧干基计)的质量分数 w_1 按式(A.1)计算。

$$w_1 = \frac{0.012\ 2 \times c \times V_1 \times 10}{m \times (1 - x_1) \times (50/500)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(\text{A.1})$$

式中:

0.012 2——每毫升 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液相当于无水焦磷酸一氢三钠的质量,单位为克(g);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

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 ——试样的质量,单位为克(g);

x_1 ——灼烧减量,%;

50/500——换算因子。

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 0.3%。

A.4 水不溶物的测定

A.4.1 仪器和设备

A.4.1.1 电热干燥箱。

A.4.1.2 电子天平,精度为 0.001 g。

A.4.1.3 玻璃砂坩埚(滤板孔径为 5 μm ~15 μm)。

A.4.2 分析步骤

称取 20 g 试样,精确至 0.001 g,置于 400 mL 烧杯中,加 200 mL 水并加热溶解,趁热用已于 105 $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒重的玻璃砂坩埚过滤,用热水洗涤 10 次(每次用水约 20 mL),在 105 $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒重。

A.4.3 结果计算

水不溶物的质量分数 w_2 按式(A.2)计算。

$$w_2 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

m_1 ——水不溶物及玻璃砂坩埚的质量,单位为克(g);

m_0 ——玻璃砂坩埚的质量,单位为克(g);

m ——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 0.02%。

A.5 灼烧减量的测定

A.5.1 仪器和设备

A.5.1.1 电热恒温干燥箱:控制温度 $110\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 。

A.5.1.2 马弗炉:控制温度 $800\text{ }^\circ\text{C} \pm 25\text{ }^\circ\text{C}$ 。

A.5.1.3 瓷坩埚。

A.5.1.4 电子天平,精度为 0.000 1 g。

A.5.2 分析方法

称取约 5 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于在 $800\text{ }^\circ\text{C} \pm 25\text{ }^\circ\text{C}$ 下质量恒定的瓷坩埚中,于 $110\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥 4 h 后移入 $800\text{ }^\circ\text{C} \pm 25\text{ }^\circ\text{C}$ 的马弗炉中灼烧 30 min,然后在干燥器中冷却至室温,称量。

A.5.3 结果计算

灼烧减量的质量分数 w_3 按式(A.3)计算。

$$w_3 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

m_1 ——灼烧后试样及瓷坩埚的质量,单位为克(g);

m_0 ——瓷坩埚的质量,单位为克(g);

m ——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分别为:无水焦磷酸一氢三钠不大于 0.05%;一水合焦磷酸一氢三钠不大于 0.2%。

A.6 干燥减量的测定

A.6.1 仪器和设备

A.6.1.1 电热恒温干燥箱:控制温度 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 。

A.6.1.2 称量皿。

A.6.1.3 电子天平,精度为 0.000 1 g。

A.6.2 分析方法

称取约 5 g 试样(精确至 0.000 1 g),置于在 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 下质量恒定的称量器中,于 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 下烘 4 h,于干燥器中冷却至室温,称量。

A.6.3 结果计算

干燥减量的质量分数 w_4 按式(A.4)计算。

$$w_4 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

m_1 ——干燥后试样及称量皿的质量,单位为克(g);

m_0 ——称量皿的质量,单位为克(g);

m ——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分别为:无水焦磷酸一氢三钠不大于 0.05%;一水合焦磷酸一氢三钠不大于 0.2%。

A.7 铅的测定

A.7.1 试剂和材料

A.7.1.1 盐酸。

A.7.1.2 硝酸。

A.7.1.3 三氯甲烷。

A.7.1.4 氢氧化钠溶液:250 g/L。

A.7.1.5 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵溶液(APDC):20 g/L,使用前过滤。

A.7.1.6 铅标准液:1 mL 溶液含铅(Pb)0.010 mg;用移液管移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液现用现配。

A.7.1.7 二级水:符合 GB/T 6682—2008 的规定。

A.7.2 仪器和设备

原子吸收光谱仪:配有铅空心阴极灯。

A.7.3 分析方法

A.7.3.1 试验溶液的制备

称取 10.0 g 样品(精确至 0.01 g),置于 150 mL 烧杯中。加 30 mL 水和最少量的盐酸溶解试样,过量 1 mL 盐酸确保试样溶解。加热煮沸几分钟,冷却,用水稀释至 100 mL,用氢氧化钠溶液调节溶液的 pH 至 1.0~1.5,将溶液定量转移至 250 mL 分液漏斗,用水稀释至大约 150 mL。加 2 mL 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵溶液(APDC),混合。用三氯甲烷萃取两次,每次加入 20 mL,收集萃取物于 50 mL 烧杯中,于沸水浴上蒸发近干,在残渣中加 3 mL 硝酸,加热近干。然后加 0.5 mL 硝酸和 10 mL 水,加热到剩 3 mL~5 mL。将硝化的萃取液转移至 10 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

A.7.3.2 空白试验溶液的制备

取 30 mL 水置于 150 mL 烧杯中,加入 1 mL 盐酸。以下操作同 A.7.3.1 中“加热煮沸几分钟,冷却,用水稀释至 100 mL……转移至 10 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀”。

A.7.3.3 标准溶液的制备

移取 1.00 mL 铅标准溶液置于 150 mL 烧杯中,加入 1 mL 盐酸。以下操作同 A.7.3.1 中“加热煮

沸几分钟,冷却,稀释至 100 mL……将硝化的萃取液转移至 10 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀”。

A.7.3.4 测定

A.7.3.4.1 仪器条件:共振线 283.3 nm;狭缝 0.8 nm;空气-乙炔火焰。

A.7.3.4.2 测定:将试验溶液、标准溶液导入原子吸收分光光度计中,以空白试验溶液调零,试验溶液的吸收值不能高于标准溶液吸收值。

A.8 正磷酸盐的测定

A.8.1 试剂和材料

硝酸银溶液:17 g/L。

A.8.2 分析方法

称取 1.0 g 研成粉末的试样,加 2 滴~3 滴硝酸银溶液,应不得产生明显的黄色。
