



中华人民共和国国家标准

GB 1903.63—2023

食品安全国家标准

食品营养强化剂 甘油磷酸钙

2023-09-06 发布

2024-03-06 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

食品营养强化剂 甘油磷酸钙

1 范围

本标准适用于以甘油磷酸和氢氧化钙或碳酸钙中和而得食品营养强化剂甘油磷酸钙。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

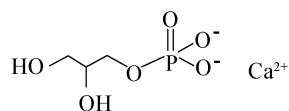
2.1 化学名称

甘油磷酸钙

2.2 分子式

$C_3H_7CaO_6P$

2.3 结构式



2.4 相对分子质量

210.14(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	白色至微黄色	取适量试样,置于洁净、干燥的白瓷盘中,在自然光线下,观察其色泽和状态,并嗅其气味
状态	粉末	
气味	无臭	

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
甘油磷酸钙含量(以干基计), $\omega/\%$	\geq 98.0	附录 A 中 A.3
干燥减量, $\omega/\%$	\leq 12.0	附录 A 中 A.4
酸碱度/(mL/g)	\leq 1.5	附录 A 中 A.5
游离甘油与醇中可溶物, $\omega/\%$	\leq 0.5	附录 A 中 A.6
磷酸盐(以 PO_4 计), $\omega/\%$	\leq 0.04	附录 A 中 A.7
硫酸盐(以 SO_4 计), $\omega/\%$	\leq 0.1	附录 A 中 A.8
氯化物(以 Cl 计), $\omega/\%$	\leq 0.07	附录 A 中 A.9
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq 2.0	GB 5009.12 或 GB 5009.75
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	\leq 3.0	GB 5009.11 或 GB 5009.76

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 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,在没有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。

A.2.1.2 钼酸。

A.2.1.3 氨水。

A.2.1.4 盐酸溶液:3.65 g/L。

A.2.1.5 稀硝酸溶液:吸取 105 mL 硝酸(A.2.1.1),加水稀释至 1000 mL。

A.2.1.6 钼酸铵溶液:称取 6.5 g 钼酸(A.2.1.2),加 14 mL 水与 14.5 mL 氨水(A.2.1.3),振摇使溶解,冷却,边搅拌边缓缓加入已冷却的 32 mL 稀硝酸溶液(A.2.1.5)和 40 mL 水的混合液中,静置 48 h,过滤,取滤液。

A.2.2 仪器和设备

A.2.2.1 天平:感量为 0.001 g。

A.2.2.2 铂丝:1 根。

A.2.3 鉴别方法

A.2.3.1 溶解性试验

称取试样约 1.0 g,加入 ≤ 5 °C 水 10 mL 溶解,煮沸,有白色晶体析出。

A.2.3.2 钼酸铵鉴别

称取 0.1 g(精确至 0.001 g)试样,用水和稀硝酸溶液(A.2.1.5)各 10 mL 溶解后,再加入钼酸铵溶液(A.2.1.6)5 mL,煮沸,即产生黄色沉淀。

A.2.3.3 钙的鉴别

取铂丝,用盐酸溶液(A.2.1.4)湿润后,蘸取试样,在无色火焰中燃烧,火焰即显砖红色。

A.2.3.4 红外鉴别

取适量干燥样品置入玛瑙乳钵中研匀,装入模具中压紧并进行扫描。试样的红外光谱图应与甘油磷酸钙标准的红外光谱图一致。甘油磷酸钙标准红外光谱图参考附录 B 中图 B.1。

A.3 甘油磷酸钙含量(以干基计)的测定

A.3.1 方法提要

在试验溶液中,以钙羧酸为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA-2Na)标准滴定溶液滴定,根据乙二胺四乙酸二钠(EDTA-2Na)标准滴定溶液消耗的量计算含量。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 氯化钠。

A.3.2.2 钙羧酸指示剂。

A.3.2.3 氢氧化钠。

A.3.2.4 钙指示剂:称取 10 g 预先在 105 °C ~ 110 °C 下烘干 2 h 的氯化钠(A.3.2.1),置于研钵内研细,再加入 0.1 g 钙羧酸指示剂(A.3.2.2),研细,混匀。

A.3.2.5 盐酸溶液(1+1):将浓盐酸加入到等体积的水中。

A.3.2.6 氢氧化钠溶液(10 mol/L):称取 400 g 氢氧化钠(A.3.2.3),用水定容至 1 000 mL。

A.3.2.7 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液:c(EDTA)=0.05 mol/L。

A.3.3 仪器和设备

A.3.3.1 天平:感量为 0.000 1 g。

A.3.3.2 恒温干燥箱:精度 150 °C ± 2 °C。

A.3.4 分析步骤

称取 0.2 g(精确至 0.000 1 g)预先经 150 °C 恒温干燥箱干燥至恒重的甘油磷酸钙试样,溶于 300 mL 水中,制备成试液。加入盐酸溶液(A.3.2.5)2 mL 及 0.1 g 钙指示剂(A.3.2.4),用氢氧化钠溶液(A.3.2.6)调节 pH 大于 13。用 0.05 mol/L 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(A.3.2.7)滴定至溶液由紫色变为全蓝。

A.3.5 结果计算

甘油磷酸钙(以干基计)的质量分数 w_1 按式(A.1)计算。

$$w_1 = \frac{0.210\ 14 \times c \times V}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

0.210 14——1 mL 1 mol/L 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液相当于甘油磷酸钙质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol);

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——试样溶液消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后 1 位。

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 0.5%。

A.4 干燥减量

A.4.1 仪器和设备

A.4.1.1 天平:感量为 0.000 1 g。

A.4.1.2 恒温干燥箱:精度 150 °C ± 2 °C。

A.4.1.3 干燥器:内附有效干燥剂。

A.4.2 分析步骤

称取试样 1 g(精确至 0.000 1 g),置于预先在 150 °C ± 2 °C 干燥至质量恒重的铝皿中,试样在铝皿中的铺层厚度一般不超过 5 mm。将铝皿放入恒温干燥箱中,于 150 °C ± 2 °C 下干燥 4 h,取出,置于干燥器中冷却至室温后称量。

A.4.3 结果计算

甘油磷酸钙的干燥减量的质量分数 w_2 按式(A.2)计算。

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

式中:

m_0 ——试样质量,单位为克(g);

m ——干燥后试样的质量,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后 1 位。

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 0.5%。

A.5 酸碱度

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 盐酸。

A.5.1.2 氢氧化钠。

A.5.1.3 酚酞。

A.5.1.4 乙醇:95%(体积分数)。

A.5.1.5 盐酸溶液(0.1 mol/L):吸取 9 mL 的盐酸(A.5.1.1),加水稀释到 1 000 mL。

A.5.1.6 氢氧化钠溶液(0.1 mol/L):称取 4 g 氢氧化钠(A.5.1.2),加水稀释到 1 000 mL。

A.5.1.7 酚酞指示剂(10 g/L):称取 1 g 酚酞(A.5.1.3),溶于乙醇(A.5.1.4)中稀释到 100 mL。

A.5.2 仪器和设备

天平:感量为 0.000 1 g。

A.5.3 分析步骤

称取试样 1 g(精确至 0.000 1 g)置于 100 mL 无二氧化碳水中,滴入 2 滴酚酞指示剂(A.5.1.7)。如果溶液呈现粉红色,滴加盐酸溶液(A.5.1.5)至无色,记录滴加盐酸溶液(A.5.1.5)体积数。若溶液无

色,滴加氢氧化钠溶液(A.5.1.6)至溶液呈粉红色,记录滴加氢氧化钠的体积数。

A.5.4 结果计算

以每克样品滴定消耗盐酸的体积数或氢氧化钠体积数为测定结果。

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

A.6 游离甘油与醇中可溶物

A.6.1 试剂和材料

无水乙醇。

A.6.2 仪器和设备

A.6.2.1 天平:感量为 0.000 1 g。

A.6.2.2 恒温干燥箱:精度 70 °C ± 2 °C。

A.6.2.3 恒温水浴锅。

A.6.3 分析步骤

称取试样 1 g(精确至 0.000 1 g),加 25 mL 无水乙醇,振摇 2 min,过滤。滤渣用 5 mL 无水乙醇洗涤,合并滤液与洗液,置水浴上蒸干,放入恒温干燥箱中,在 70 °C ± 2 °C 下烘干残留物 1 h。

A.6.4 结果计算

甘油磷酸钙中游离甘油与醇中可溶物的质量分数 w_3 按式(A.3)计算。

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

式中:

m ——干燥后残留物的质量,单位为克(g);

m_0 ——试样的质量,单位为克(g);

计算结果表示至小数点后 1 位。

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 0.5%。

A.7 磷酸盐的测定

A.7.1 试剂和材料

A.7.1.1 硝酸。

A.7.1.2 钼酸。

A.7.1.3 氨水。

A.7.1.4 磷酸二氢钾。

A.7.1.5 稀硝酸溶液:吸取 105 mL 硝酸(A.7.1.1),加水稀释至 1 000 mL。

A.7.1.6 钼酸铵溶液:称取 6.5 g 钼酸(A.7.1.2),加 14 mL 水与 14.5 mL 氨水(A.7.1.3),振摇使溶解,冷却,边搅拌边缓缓加入已冷却的 32 mL 硝酸(A.7.1.1)和 40 mL 水的混合液中,静置 48 h,过滤,取滤液。

A.7.1.7 磷酸盐标准储备溶液:精密称取 0.192 g 磷酸二氢钾(A.7.1.4),加水稀释至 100 mL。

A.7.1.8 磷酸盐标准使用溶液:吸取 3 mL 磷酸盐标准储备溶液(A.7.1.7),加稀硝酸溶液(A.7.1.5)至 100 mL。

A.7.2 仪器和设备

天平:感量为 0.000 1 g。

A.7.3 分析步骤

称取试样 1 g(精确至 0.000 1 g),置 25 mL 纳氏比色管中,加 10 mL 稀硝酸溶液(A.7.1.5)溶解,加 10 mL 钼酸铵溶液(A.7.1.6),摇匀,静置 10 min,与 10 mL 磷酸盐标准使用溶液(A.7.1.8)制成的对照液比较,试样溶液浊度不深于标准溶液,即试样中磷酸盐含量 $\leq 0.04\%$ 。

A.8 硫酸盐的测定

A.8.1 试剂和材料

A.8.1.1 硫酸钾。

A.8.1.2 乙酸。

A.8.1.3 氯化钡。

A.8.1.4 乙酸溶液:吸取 30 mL 乙酸(A.8.1.2),加水稀释至 100 mL。

A.8.1.5 氯化钡溶液:称取 25 g 氯化钡(A.8.1.3),用少量水溶解,定容至 100 mL。

A.8.1.6 硫酸盐标准溶液:称取 0.181 g(精确至 0.000 1 g)硫酸钾(A.8.1.1)溶于适量水中,稀释至 1 000 mL。

A.8.2 仪器和设备

天平:感量为 0.000 1 g。

A.8.3 分析步骤

称取试样 0.5 g(精确至 0.000 1 g),置 25 mL 纳氏比色管中,加水溶解至 15 mL(可以添加少量的乙酸增加溶解度),同时吸取 5.0 mL 的硫酸盐标准溶液(A.8.1.6)于另一纳氏比色管中,向两者各加入 0.5 mL 的乙酸溶液(A.8.1.4)和 1 mL 的氯化钡溶液(A.8.1.5)。将加有硫酸盐标准溶液及试验溶液的比色管放置在背光处静置 5 min,在背景为黑色的条件下,自上而下观察、比较,试样溶液浊度不深于标准溶液,即试样中硫酸盐含量 $\leq 0.1\%$ 。

A.9 氯化物的测定

A.9.1 试剂和材料

A.9.1.1 氯化钠。

A.9.1.2 乙酸。

A.9.1.3 硝酸。

A.9.1.4 硝酸银。

A.9.1.5 乙酸溶液:吸取 30 mL 乙酸(A.9.1.2),加水稀释至 100 mL。

A.9.1.6 稀硝酸溶液:吸取 20 mL 硝酸(A.9.1.3),加水稀释至 100 mL。

A.9.1.7 硝酸银溶液:称取 1.7 g 硝酸银(A.9.1.4),用少量水溶解,定容至 100 mL。

A.9.1.8 氯化物标准溶液:称取 0.824 g(精确至 0.000 1 g)氯化钠(A.9.1.1)溶于适量水中,稀释至 1 000 mL。吸取上述溶液 2 mL,用水稀释至 100 mL。

A.9.2 仪器和设备

天平:感量为 0.000 1 g。

A.9.3 分析步骤

称取试样 0.25 g(精确至 0.000 1 g),用 2 mL 乙酸(A.9.1.2)和 8 mL 水的混合液溶解,加水稀释至 25 mL。吸取 17.5 mL 的氯化物标准溶液(A.9.1.8),加水稀释至 25 mL。向测试溶液和标准溶液中各加入 1 mL 稀硝酸溶液(A.9.1.6),然后把合成溶液倒入盛有 1 mL 硝酸银溶液(A.9.1.7)的比色管中。静置 5 min,在背景为黑色的条件下,自上而下观察、比较,试样溶液浊度不深于标准溶液,即试样中氯化物含量 $\leq 0.07\%$ 。

附录 B
甘油磷酸钙标准红外光谱图

甘油磷酸钙标准红外光谱图见图 B.1。

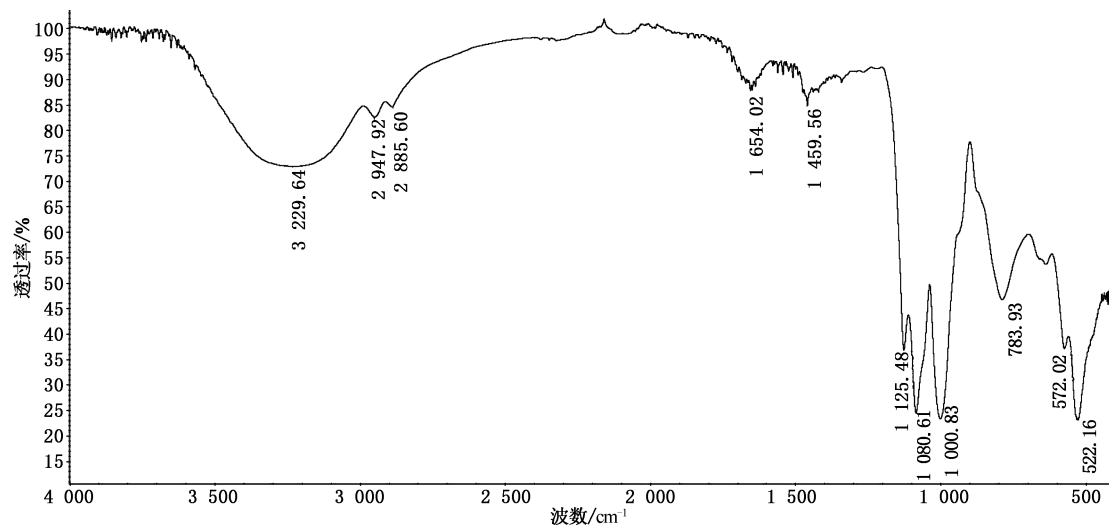


图 B.1 甘油磷酸钙标准红外光谱图