



中华人民共和国国家标准

GB 1886.326—2021

食品安全国家标准

食品添加剂 酸式焦磷酸钙

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 酸式焦磷酸钙

1 范围

本标准适用于以氧化钙、氢氧化钙及磷酸(热法或湿法)为原料反应制得食品添加剂酸式焦磷酸钙。

2 分子式和相对分子质量

2.1 分子式



2.2 相对分子质量

216.04(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	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下观察色泽和状态
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
酸式焦磷酸钙含量, w/%	95.0~100.5	附录 A 中 A.3
灼烧减量, w/%	≤ 10.0	附录 A 中 A.4
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 2.0	GB 5009.75 或 GB 5009.12
砷(As)/(mg/kg)	≤ 3.0	GB 5009.76 或 GB 5009.11
氟化物(以 F 计)/(mg/kg)	≤ 30.0	GB/T 5009.18 氟离子选择电极法

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,操作者应小心谨慎。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+9。

A.2.1.2 喹钼柠酮溶液:按 HG/T 3696.3 配制。

A.2.1.3 草酸铵溶液:33 g/L。

A.2.2 鉴别方法

A.2.2.1 钙离子的鉴别

称取约 0.1 g 试样,加 20 mL 水摇匀后过滤。滤液加入 5 mL 草酸铵溶液,生成白色沉淀。

A.2.2.2 焦磷酸根的鉴别

称取约 0.1 g 试样,溶于 100 mL 硝酸溶液中,得到试样溶液,移取 0.5 mL 上述溶液加入 30 mL 喹钼柠酮溶液中。将剩余的试样溶液在 95 °C 下加热 10 min,再从中取 0.5 mL 试样溶液加入 30 mL 喹钼柠酮溶液中。加热的试样溶液中立即生成黄色沉淀,不加热则不生成沉淀。

A.3 酸式焦磷酸钙含量的测定

A.3.1 方法提要

利用酸式焦磷酸钙不溶于水但溶于盐酸的特性,将试样经盐酸溶解,与草酸铵反应生成沉淀,过滤、冲洗、滴定,通过计算得到酸式焦磷酸钙的含量。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 盐酸溶液:量取 100 mL 盐酸,加入 344 mL 水中。

A.3.2.2 草酸铵溶液:33 g/L。

A.3.2.3 洗涤液:取 10 mL 草酸铵溶液,用水稀释至 1 000 mL。

A.3.2.4 氨水溶液:10%。

A.3.2.5 硫酸溶液:1+6。

A.3.2.6 高锰酸钾标准滴定溶液： $c\left(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4\right)=0.1\text{ mol/L}$ 。

A.3.2.7 甲基橙指示液：1 g/L。

A.3.2.8 甲基红指示液：1 g/L。

A.3.3 仪器和设备

玻璃砂芯坩埚：孔径 $5\ \mu\text{m}\sim 15\ \mu\text{m}$ 。

A.3.4 分析步骤

准确称取 0.3 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 250 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸溶液，使试样溶解，再加 120 mL 水和 3 滴甲基橙指示液，煮沸 10 min。如有必要，在煮沸过程中可加入盐酸溶液或水使溶液的 pH 和体积保持不变。加入 2 滴甲基红指示液和 30 mL 草酸铵溶液，在不断搅拌下继续滴加氨水溶液，直至溶液的粉红色刚好消失。在沸水浴中煮沸 30 min，冷却到室温，沉淀沉降后，上层液体移入玻璃砂芯坩埚进行抽滤。用 30 mL 冷的洗涤液（低于 $20\ ^\circ\text{C}$ ）冲洗烧杯中的沉淀，洗涤液再经坩埚抽滤。重复洗涤过滤至少三次，使沉淀全部转移到坩埚中，再各用 10 mL 水冲洗烧杯和坩埚两次。将坩埚置于另一烧杯中，加入 100 mL 水和 50 mL 硫酸溶液，加热至约 $70\ ^\circ\text{C}$ ，用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色，并在 30 s 内不消失为滴定终点。同时进行空白试验。

空白试验除不加试样外，其他操作及加入试剂的种类和量（标准滴定溶液除外）与测定试验相同。

A.3.5 结果计算

酸式焦磷酸钙含量的质量分数 w_1 按式(A.1)计算。

$$w_1 = \frac{c \times (V_1 - V_2) \times M}{m \times 1\ 000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(\text{A.1})$$

式中：

c ——高锰酸钾滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_1 ——滴定试样溶液所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_2 ——滴定空白溶液所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

M ——酸式焦磷酸钙的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\frac{1}{2}\text{CaH}_2\text{P}_2\text{O}_7)=108.02$]；

m ——试样的质量，单位为克(g)；

1 000 ——体积换算系数。

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.4 灼烧减量的测定

A.4.1 试剂和材料

硫酸。

A.4.2 仪器和设备

A.4.2.1 坩埚。

A.4.2.2 高温炉。

A.4.2.3 干燥器。

A.4.3 分析步骤

称取试样 1 g, 精确至 0.000 2 g, 放入已灼烧至质量恒定的坩埚中, 在 $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灼烧 30 min, 取出移至干燥器内, 放冷至室温, 准确称重。重复灼烧至前后两次称量相差不超过 0.3 mg。

A.4.4 结果计算

试样中灼烧减量的质量分数 ω_2 按式(A.2)计算。

$$\omega_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

m_1 ——灼烧前试样和坩埚的质量, 单位为克(g);

m_2 ——灼烧后试样和坩埚的质量, 单位为克(g);

m_3 ——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 0.2%。