

中华人民共和国国家标准

GB 1886.336—2021

食品安全国家标准 食品添加剂 磷酸二氢钠

2021-02-22 发布 2021-08-22 实施

前 言

本标准代替 GB 25564—2010《食品安全国家标准 食品添加剂 磷酸二氢钠》。 本标准与 GB 25564—2010 相比,主要变化如下:

- ——修改了范围;
- ——将杂质含量指标修改为"以干基计";
- ——将"氟化物(以 F 计)"修改为"氟(F)";
- ——删除了磷酸二氢钠含量测定的重量法;
- ——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。

食品安全国家标准 食品添加剂 磷酸二氢钠

1 范围

本标准适用于以氢氧化钠(或碳酸钠)和食品添加剂磷酸(含湿法磷酸)为原料生产的食品添加剂磷酸二氢钠。

2 分子式和相对分子质量

2.1 分子式

无水磷酸二氢钠:NaH2PO4

- 一水磷酸二氢钠:NaH2PO4·H2O
- 二水磷酸二氢钠:NaH2PO4 2H2O

2.2 相对分子质量

无水磷酸二氢钠:119.98(按2018年国际相对原子质量)

- 一水磷酸二氢钠:137.99(按2018年国际相对原子质量)
- 二水磷酸二氢钠:156.01(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	晶体、晶体粉末或颗粒		

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	
磷酸二氢钠(NaH ₂ PO ₄)(以干基计)含量,w/%		\geqslant	98.0~103.0	附录 A 中 A.3
	(NaH ₂ PO ₄)	\forall	2.0	附录 A 中 A.4
干燥减量, w/%	(NaH ₂ PO ₄ • H ₂ O)		10.0~15.0	
	(NaH ₂ PO ₄ • 2H ₂ O)		20.0~25.0	
水不溶物(以干基计), w/%		\leq	0.2	附录 A 中 A.5
pH(10 g/L 水溶液)			4.1~4.7	附录 A 中 A.6
氟(F)(以干基计)/(mg/kg)		\leq	30.0	GB/T 5009.18
铅(Pb)(以干基计)/(mg/kg)		\leq	4.0	附录 A 中 A.7
砷(As)(以干基计)/(mg/kg)		\leq	3.0	附录 A 中 A.8
重金属(以 Pb 计)(以干基计)/(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,操作时应采取适当的安全和防护措施。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** 氨水溶液:2+3。
- **A.2.1.2** 硝酸溶液:1+8。
- A.2.1.3 硝酸银溶液:17 g/L。

A.2.2 鉴别方法

A.2.2.1 磷酸根的鉴别

称量 1 g 试样,溶于 20 mL 水中,加硝酸银溶液,生成黄色沉淀,此沉淀能溶于氨水溶液或硝酸溶液。

A.2.2.2 钠离子鉴别

称量 1 g 试样,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 磷酸二氢钠(NaH₂PO₄)(以干基计)含量的测定

A.3.1 方法提要

在试样中准确加入过量的盐酸标准滴定溶液,用氢氧化钠标准溶液滴定过量的盐酸标准滴定溶液, 以酸度计指示突跃点,根据氢氧化钠标准滴定溶液的消耗量,计算磷酸二氢钠含量。

A.3.2 试剂和材料

- **A.3.2.1** 盐酸标准滴定溶液:c(HCl)=1 mol/L.
- **A.3.2.2** 氢氧化钠标准滴定溶液:c(NaOH)=1 mol/L。
- A.3.2.3 无二氧化碳的水。

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 电磁搅拌器:配有搅拌转子。

A.3.4 分析步骤

称取 5 g 已按 A.4 干燥后的试样,精确至 $0.000\ 2$ g,置于 $250\ \text{mL}$ 烧杯中,加入 $5.0\ \text{mL}$ 盐酸标准滴定溶液和 $100\ \text{mL}$ 无二氧化碳的水。然后置于电磁搅拌器上,放入搅拌转子,搅拌至试样完全溶解。将已校准的酸度计的电极放入试验溶液中,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定过量的盐酸标准滴定溶液,直至 $pH{\approx}4.0$ 出现突跃点,记录滴定读数(V),计算试样消耗盐酸标准滴定溶液的体积 (V_1) 。用氢氧化钠标准滴定溶液继续滴定至 $pH{\approx}8.8$ 出现突跃点,记录滴定读数,计算在这两个突跃点 $(pH{\approx}4.0\ \text{Eph}{\approx}8.8)$ 之间滴定消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积 (V_2) 。

A.3.5 结果计算

试样消耗盐酸标准滴定溶液的体积 (V_1) 按式(A.1)计算。

$$V_1 = \frac{5.0 \times c_1 - V \times c_2}{c_1}$$
 (A.1)

式中:

5.0—加入盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

 c_1 ——盐酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定至 pH \approx 4.0 出现突跃点时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c₂ ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L)。

当 V_1 <0 时,磷酸二氢钠(NaH₂PO₄)的质量分数 w_1 按式(A.2)计算。

当 V_1 ≥0 时,磷酸二氢钠(NaH₂PO₄)的质量分数 w_1 按式(A.3)计算。

$$w_1 = \frac{(V_2 \times c_2 - V_1 \times c_1) \times M \times 10^{-3}}{m_1} \times 100\% \quad \dots (A.3)$$

式中:

 V_2 ——pH \approx 4.0 至 pH \approx 8.8 之间滴定消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c₂ ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

 V_1 ——滴定至 pH \approx 4.0 出现突跃点时消耗的盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

 c_1 ——盐酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——磷酸二氢钠(NaH₂PO₄)的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)(M=119.98);

10-3 — 换算因子;

 m_1 ——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%。

A.4 干燥减量的测定

A.4.1 仪器和设备

电热恒温干燥箱:控温范围为105℃±2℃。

A.4.2 分析步骤

用已于 105 ℃ ± 2 ℃干燥至质量恒定的称量瓶称取约 8 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 105 ℃ \pm

2℃的电热恒温干燥箱中,干燥4h,将称量瓶置于干燥器冷却至室温,称量。

A.4.3 结果计算

干燥减量的质量分数 w2 按式(A.4)计算。

$$w_2 = \frac{m_2 - m_3}{m_2} \times 100\%$$
 (A.4)

式中,

 m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

m3——干燥后试样的质量,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:无水磷酸二氢钠(NaH_2PO_4)不大于 0.02%;一水磷酸二氢钠(NaH_2PO_4 • H_2O)不大于 0.05%; 二水磷酸二氢钠(NaH_2PO_4 • $2H_2O$)不大于 0.1%。

A.5 水不溶物(以干基计)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 $5 \mu m \sim 15 \mu m$ 。
- **A.5.1.2** 电热恒温干燥箱:控温范围为 105 ℃±2 ℃。

A.5.2 分析步骤

称取试样约 10 g,精确至 0.01 g,置于 400 mL 烧杯中,加 100 mL 水并加热煮沸,趁热用预先在 105 ℃±2 ℃ 电热恒温干燥箱烘至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤,用 200 mL 热水分 10 次洗涤水不溶物。将玻璃砂坩埚连同水不溶物置于 105 ℃±2 ℃电热恒温干燥箱中至质量恒定。

A.5.3 结果计算

水不溶物的质量分数 w3 按式(A.5)计算。

$$w_3 = \frac{m_4 - m_5}{m_6 \times (1 - w_2)} \times 100\%$$
 (A.5)

式中:

m₄——水不溶物和玻璃砂坩埚的质量,单位为克(g);

 m_5 ——玻璃砂坩埚的质量,单位为克(g);

 m_6 ——试样的质量,单位为克(g);

 ω_2 ——按 A.4 测定所得干燥减量的质量分数,%。

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 0.01%。

A.6 pH(10 g/L 水溶液)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 0.01 pH,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 $1.00~g\pm0.01~g$ 试样,置于 100~mL 烧杯中,用无二氧化碳的水溶解,移入 100~mL 容量瓶中,用无二氧化碳的水稀释至刻度,摇匀。倒入 100~mL 干燥的烧杯中,用已校准的酸度计测定试样溶液的 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 0.1。

A.7 铅(Pb)(以干基计)的测定

称取适量按 A.4 干燥后的试样,按 GB 5009.75 或 GB 5009.12 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)(以干基计)的测定

称取适量按 A.4 干燥后的试样,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)(以干基计)的测定

称取适量按 A.4 干燥后的试样,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。

6