



中华人民共和国国家标准

GB 1886.338—2021

食品安全国家标准 食品添加剂 磷酸三钠

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 发布
国家市场监督管理总局

前 言

本标准代替 GB 25565—2010《食品安全国家标准 食品添加剂 磷酸三钠》。

本标准与 GB 25565—2010 相比,主要变化如下:

- 修改了范围;
- 将“十二水合磷酸三钠”指标修改为“以灼烧干基计”;
- 将“氟化物(以 F 计)”修改为“氟(F)”;
- 删除了磷酸三钠检验方法中的重量法;
- 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;
- 将重金属的检测方法修改为 GB 5009.74。

食品安全国家标准

食品添加剂 磷酸三钠

1 范围

本标准适用于以碳酸钠(或氢氧化钠)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三钠。

2 分子式和相对分子质量

2.1 分子式

无水磷酸三钠: Na_3PO_4

一水合磷酸三钠: $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$

十二水合磷酸三钠: $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

2.2 相对分子质量

无水磷酸三钠:163.94(按 2018 年国际相对原子质量)

一水合磷酸三钠:181.96(按 2018 年国际相对原子质量)

十二水合磷酸三钠:380.14(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 | 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 | 粉末或结晶 | |

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 |
|---|----------|-----------|--------------|
| 无水磷酸三钠(Na_3PO_4)(以灼烧干基计), $\omega/\%$ | \geq | 97.0 | 附录 A 中 A.3 |
| 一水合磷酸三钠(以 Na_3PO_4 计)(以灼烧干基计), $\omega/\%$ | \geq | | |
| 十二水合磷酸三钠(以 Na_3PO_4 计)(以灼烧干基计), $\omega/\%$ | \geq | | |
| 灼烧减量, $\omega/\%$ | 无水磷酸三钠 | \leq | 附录 A 中 A.4 |
| | 一水合磷酸三钠 | \leq | |
| | 十二水合磷酸三钠 | \leq | |
| 水不溶物, $\omega/\%$ | \leq | 0.2 | 附录 A 中 A.5 |
| pH(10 g/L 溶液) | | 11.5~12.5 | 附录 A 中 A.6 |
| 氟(F)/(mg/kg) | \leq | 50.0 | GB/T 5009.18 |
| 铅(Pb)/(mg/kg) | \leq | 4.0 | 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:本标准的检验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤或眼睛上应立即用大量水冲洗,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、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 的规定制备。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 乙酸溶液:1+1。

A.2.1.3 氨水溶液:2+3。

A.2.1.4 硝酸银溶液(17 g/L)。

A.2.1.5 铂丝环。

A.2.2 鉴别方法

A.2.2.1 钠离子

称取 1 g 试样,加 20 mL 水溶解。用盐酸润湿铂丝环后,在无色火焰上燃烧至无色。再蘸取试验溶液,在无色火焰中燃烧,火焰应呈亮黄色。

A.2.2.2 磷酸根离子

称取 0.1 g 试样,溶于 10 mL 水中,加 1 mL 硝酸银溶液,生成黄色沉淀,此沉淀溶于氨水溶液,不溶于乙酸溶液。

A.3 磷酸三钠的测定

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,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定过量的盐酸标准滴定溶液,以 pH 计指示突跃点,根据氢氧化钠标准滴定溶液的消耗量计算出磷酸三钠的含量。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})\approx 1\text{ mol/L}$ 。

A.3.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})\approx 1\text{ mol/L}$ 。

A.3.2.3 无二氧化碳的水。

A.3.3 仪器和设备

A.3.3.1 pH计:分辨率为0.01 pH,配有饱和甘汞电极和玻璃电极。

A.3.3.2 电磁搅拌器。

A.3.4 分析步骤

称取约2.7 g~3.0 g按A.4灼烧后的试样,精确至0.000 2 g,置于400 mL的烧杯中。加40 mL无二氧化碳的水溶解,用移液管准确加入50 mL盐酸标准滴定溶液,缓缓煮沸除去二氧化碳,冷却。将已校正的pH计的电极放入试验溶液中,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至pH约为4,出现突越点,记录滴定消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积 V ,计算样品消耗的盐酸标准滴定溶液的体积 V_1 。防止溶液从空气中吸收二氧化碳,继续用氢氧化钠标准滴定溶液滴定此溶液至pH约为8.8,出现突越点,记录这次滴定消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积 V_2 (即从pH \approx 4至pH \approx 8.8滴定消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积)。

A.3.5 结果计算

试验溶液所消耗盐酸标准滴定溶液的体积 V_1 ,单位为毫升(mL),按式(A.1)计算。

$$V_1 = \frac{50 \times c_1 - V \times c_2}{c_1} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

50——准确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准确浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——试验溶液加50 mL盐酸标准滴定溶液反应后,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至pH \approx 4时所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c_2 ——氢氧化钠标准滴定溶液的准确浓度,单位为摩尔每升(mol/L)。

无水磷酸三钠(Na_3PO_4)或一水合磷酸三钠(以 Na_3PO_4 计)或十二水合磷酸三钠(以 Na_3PO_4 计)的质量分数 ω_1 按式(A.2)或(A.3)计算。

$$\text{当 } V_1 \times c_1 \geq 2 \times V_2 \times c_2 \text{ 时, } \omega_1 = \frac{V_2 \times c_2 \times M}{m \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

$$\text{当 } V_1 \times c_1 < 2 \times V_2 \times c_2 \text{ 时, } \omega_1 = \frac{(V_1 \times c_1 - V_2 \times c_2) \times M}{m \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

c_1 ——盐酸标准滴定溶液的准确浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

c_2 ——氢氧化钠标准滴定溶液的准确浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——试验溶液滴定至pH \approx 4所消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——从pH \approx 4至pH \approx 8.8所消耗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);

M ——磷酸三钠(Na_3PO_4)的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)($M=163.94$);

1 000——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 仪器和设备

A.4.1.1 电热恒温干燥箱:控温范围为 $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A.4.1.2 高温炉:控温范围为 $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A.4.1.3 瓷坩埚。

A.4.2 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于已于 $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灼烧至质量恒定的瓷坩埚中,于 $110\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下烘 5 h,再移入 $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中灼烧 30 min,于干燥器中冷却至室温,称量。

A.4.3 结果计算

灼烧减量的质量分数 w_2 按式(A.4)计算。

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

m_1 ——灼烧前试样和瓷坩埚的质量,单位为克(g);

m_2 ——灼烧后试样和瓷坩埚的质量,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为:无水磷酸三钠(Na_3PO_4)不大于 0.01%;一水合磷酸三钠($\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)不大于 0.05%;十二水合磷酸三钠($\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)不大于 0.1%。

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 $5\text{ }\mu\text{m} \sim 15\text{ }\mu\text{m}$ 。

A.5.1.2 电热恒温干燥箱:控温范围为 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A.5.2 分析步骤

称取约 20 g 试样,精确至 0.01 g,置于 400 mL 烧杯中,加 200 mL 水,加热溶解。趁热用已于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,用热水洗涤至滤液呈无碱性。将玻璃砂坩埚和水不溶物置于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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.5)计算。

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

式中:

m_4 ——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)。

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.6 pH(10 g/L 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 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 无二氧化碳的水溶解。在室温下用已校准的酸度计测量试样溶液的 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 0.2。

A.7 铅(Pb)的测定

按 GB 5009.75 或 GB 5009.12 规定的方法进行测定。试验用水为 GB/T 6682 中规定的二级水。

A.8 砷(As)的测定

按 GB 5009.76 或 GB 5009.11 规定的方法进行测定。试验用水为 GB/T 6682 中规定的二级水。

A.9 重金属(以 Pb 计)的测定

按 GB 5009.74 规定的方法进行测定。试验用水为 GB/T 6682 中规定的二级水。
