



中华人民共和国国家标准

GB ××××—××××

食品安全国家标准
食品添加剂 酸式焦磷酸钙

(征求意见稿)

201×-××-××发布

201×-××-××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）为原料反应制得的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2016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，在自然光线下观察其色泽和状态
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
灼烧残渣，w/%	≤ 10.0	附录 A 中 A.4
铅（Pb）/（mg/kg）	≤ 2	GB 5009.75 或 GB 5009.12
砷（As）/（mg/kg）	≤ 3	GB 5009.76 或 GB 5009.11
氟化物（以 F 计）/（mg/kg）	≤ 50	GB/T 5009.18 氟离子选择电子法

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+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 焦磷酸根试验

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℃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.2.3 钙离子试验

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

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1000 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： $c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

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

A.3.3.1 玻璃砂芯坩埚：孔径5 μm~15 μm。

A.3.4 分析步骤

准确称取 0.3 g 试样（精确至 0.0002 g），置于 250 mL 烧杯中，用 10 mL 盐酸溶液溶解，加入 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 °C）冲洗烧杯中的沉淀，上层液体再经坩埚抽滤。重复洗涤过滤至少三次，使沉淀尽可能全部转移到坩埚中，再各用 10 mL 冷水（低于 20 °C）冲洗烧杯和坩埚两次。将坩埚置于烧杯中，加入 100 mL 水和 50 mL 冷的硫酸溶液（低于 20 °C），加热至约 70 °C，用高锰酸钾标准滴定溶液进行滴定，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。

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：

$$w_1 = \frac{c \times (V_1 - V_2) \times M}{m \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

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）；

1000——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 灼烧残渣的测定

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 0.0002 g），放入已炽灼至恒重的坩埚中，在 $800 \pm 25^\circ\text{C}$ 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 0.5 mg。

A.4.4 结果计算

试样中灼烧残渣的质量分数 w_2 ，按式（A.2）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

m_1 ——灼烧后试样和坩埚的总质量，单位为克（g）；

m_2 ——灼烧前坩埚的质量，单位为克（g）；

m ——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 %。
