



中华人民共和国国家标准

GB 1886.3—2021

食品安全国家标准 食品添加剂 磷酸氢钙

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

前 言

本标准代替 GB 1886.3—2016《食品安全国家标准 食品添加剂 磷酸氢钙》。

本标准与 GB 1886.3—2016 相比,主要变化如下:

- 修改了范围;
- 增加了无水磷酸氢钙类型;
- 将杂质含量指标修改为“以干基计”;
- 将“灼烧失量”修改为“灼烧减量”;
- 将“氟化物(以 F 计)”修改为“氟(F)”;
- 修改了铅(Pb)的指标值;
- 将氟含量检验方法修改为 GB/T 5009.18;
- 将铅的检验方法修改为 GB 5009.75—2014 第一法或 GB 5009.12—2017 第二法、第三法、第四法;
- 将砷的检验方法修改为 GB 5009.76 或 GB 5009.11;
- 将重金属的检验方法修改为 GB 5009.74。

食品安全国家标准

食品添加剂 磷酸氢钙

1 范围

本标准适用于以氢氧化钙(或碳酸钙、氧化钙)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氢钙。

2 分子式和相对分子质量

2.1 分子式

二水磷酸氢钙: $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

无水磷酸氢钙: CaHPO_4

2.2 相对分子质量

二水磷酸氢钙: 172.09(按 2018 年国际相对原子质量)

无水磷酸氢钙: 136.06(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
	二水磷酸氢钙	无水磷酸氢钙	
磷酸氢钙含量	(以 $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 计), $w/\%$	98.0~105.0	附录 A 中 A.3
	(以 CaHPO_4 计), $w/\%$	—	

表 2 (续)

项 目	指 标		检验方法
	二水磷酸氢钙	无水磷酸氢钙	
灼烧减量, $w/\%$	24.5~26.5	7.0~8.5	附录 A 中 A.4
盐酸不溶物(以干基计), $w/\%$	\leq	0.05	附录 A 中 A.5
氟(F)(以干基计)/(mg/kg)	\leq	50.0	GB/T 5009.18
铅(Pb)(以干基计)/(mg/kg)	\leq	2.0	附录 A 中 A.6
砷(As)(以干基计)/(mg/kg)	\leq	2.0	附录 A 中 A.7
重金属(以 Pb 计)(以干基计)/(mg/kg)	\leq	10	附录 A 中 A.8

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 盐酸溶液：1+3。

A.2.1.2 氨水溶液：1+1。

A.2.1.3 硝酸溶液：1+1。

A.2.1.4 草酸铵溶液：35 g/L。称取 3.5 g 草酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ 溶于水，并稀释至 100 mL。

A.2.1.5 钼酸铵溶液：60 g/L。称取 6 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 50 mL 水中，边搅拌边缓慢加入硝酸溶液至约 100 mL。贮存于棕色试剂瓶中。

A.2.2 鉴别方法

A.2.2.1 钙离子鉴别

称取约 0.1 g 试样，加入 5 mL 水、5 mL 盐酸溶液，使试样溶解。边振摇边滴加 2.5 mL 氨水溶液，然后加入 5 mL 草酸铵溶液，产生白色沉淀。

A.2.2.2 磷酸根离子的鉴别

称取约 0.1 g 试样，滴加硝酸溶液至试样溶解后再过量 1 mL，加热至 40 °C~50 °C，加入 10 mL 钼酸铵溶液，生成黄色沉淀。

A.3 磷酸氢钙含量的测定

A.3.1 方法提要

在试验溶液中，三乙醇胺作为掩蔽剂，在酸性条件下滴加乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液近终点，用氢氧化钠溶液调试验溶液的 pH 于羟基萘酚蓝指示剂显色 pH 范围内，继续滴定剩余的钙。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 三乙醇胺。

A.3.2.2 盐酸溶液：1+1。

A.3.2.3 氢氧化钠溶液：450 g/L。

A.3.2.4 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液： $c(\text{EDTA})=0.05\text{ mol/L}$ 。

A.3.2.5 羟基萘酚蓝指示剂。

A.3.3 仪器和设备

磁性搅拌器。

A.3.4 分析步骤

A.3.4.1 试验溶液的制备

称取 2.5 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 100 mL 烧杯中，加 20 mL 盐酸溶液溶解，完全转移至 250 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。此溶液为试验溶液。

A.3.4.2 测定

准确移取 25 mL 试验溶液于 250 mL 锥形瓶中，加 100 mL 水、0.5 mL 三乙醇胺，加入 0.3 g 羟基萘酚蓝指示剂，放于磁性搅拌器上搅拌均匀，用滴定管以正常速度滴加乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液约 23 mL，滴加氢氧化钠溶液由红色变至亮蓝色，最后变为紫色，再过量 0.5 mL。继续用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液变为蓝色，保持 60 s 不变。同时做空白试验。

A.3.5 结果计算

磷酸氢钙(以 $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 计或以 CaHPO_4 计)的质量分数 w_1 按式(A.1)计算。

$$w_1 = \frac{[(V - V_0)/1\ 000] \times c \times M \times 250}{m_1 \times 25} \times 100\% \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中：

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

V_0 ——滴定空白试验溶液消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

1 000 ——换算因子；

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

M ——二水磷酸氢钙($\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)、磷酸氢钙(CaHPO_4)的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})=172.09$ 、 $M(\text{CaHPO}_4)=136.06$]；

250 ——容量瓶的容积，单位为毫升(mL)；

m_1 ——试样的质量，单位为克(g)；

25 ——移取试验溶液的体积，单位为毫升(mL)。

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绝对差值不大于 0.5%。

A.4 灼烧减量的测定

A.4.1 仪器和设备

A.4.1.1 高温炉：控温范围为 800 °C~825 °C。

A.4.1.2 瓷坩埚：30 mL。

A.4.2 分析步骤

称取 3 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于已在 800 °C~825 °C 灼烧至质量恒定的瓷坩埚中，于 800 °C~

825 °C灼烧至质量恒定。

A.4.3 结果计算

灼烧减量的质量分数 w_2 按式(A.2)计算。

$$w_2 = \frac{m_2 - m_3}{m_4} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

m_2 ——灼烧前坩埚和试样的质量,单位为克(g)；

m_3 ——灼烧后坩埚和试样的质量,单位为克(g)；

m_4 ——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绝对差值不大于 0.2%。

A.5 盐酸不溶物的测定

A.5.1 试剂和材料

盐酸溶液:1+1。

A.5.2 仪器和设备

A.5.2.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径 5 μm ~15 μm 。

A.5.2.2 电热恒温干燥箱:控温范围为 105 °C \pm 2 °C。

A.5.3 分析步骤

称取试样 10 g,精确至 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL 盐酸溶液和 60 mL 水,加热溶解,加水至 100 mL,用 105 °C \pm 2 °C 下已质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,用水洗涤至无氯离子,于 105 °C \pm 2 °C 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

A.5.4 结果计算

盐酸不溶物的质量分数 w_3 按式(A.3)计算。

$$w_3 = \frac{m_5 - m_6}{m_7 \times (1 - w_2)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

m_5 ——盐酸不溶物和玻璃砂坩埚的质量,单位为克(g)；

m_6 ——玻璃砂坩埚的质量,单位为克(g)；

m_7 ——试样的质量,单位为克(g)；

w_2 ——按 A.4 测定所得灼烧失量的质量分数, %。

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绝对差值不大于 0.01%。

A.6 铅(Pb)的测定

称取适量经 A.4 灼烧后的试样,按 GB 5009.75—2014 第一法或 GB 5009.12—2017 第二法、第三法、第四法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.7 砷(As)的测定

称取适量经 A.4 灼烧后的试样,滴加盐酸溶液(1+1)至试样溶解再过量 2 mL,然后按 GB 5009.76 或 GB 5009.11 规定的方法进行测定,试验步骤中用盐酸(或盐酸溶液)代替硫酸(或硫酸溶液),试验中所用水为 GB/T 6682 规定的二级水。

A.8 重金属(以 Pb 计)的测定

称取经 A.4 灼烧后的试样 $2\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$,加 5 mL 盐酸溶液(1+1)、20 mL 水,加热至溶解,冷却后滴加氨水溶液(1+5)至白色沉淀出现,再加入少量盐酸溶液(1+1)至沉淀消失,按 GB 5009.74 规定的方法,加入 5 mL pH 3.5 的乙酸盐缓冲液,然后进行测定。试验中所用水为 GB/T 6682 规定的二级水。
