



中华人民共和国国家标准

GB 25557—2010

食品安全国家标准
食品添加剂 焦磷酸钠

2010-12-21 发布

2011-02-21 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

本标准的附录 A 为规范性附录。

食品安全国家标准

食品添加剂 焦磷酸钠

1 范围

本标准适用于热法磷酸与工业碳酸钠（纯碱）或离子膜氢氧化钠（烧碱）中和反应制得食品添加剂焦磷酸钠。

2 规范性引用标准

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

3 分子式和相对分子质量

3.1 分子式

无水焦磷酸钠： $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$

十水合焦磷酸钠： $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

3.2 相对分子质量

无水焦磷酸钠：265.90（按 2007 年国际相对原子质量）

十水合焦磷酸钠：446.10（按 2007 年国际相对原子质量）

4 技术要求

4.1 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50mL烧杯中，在自然光下观察色泽和组织状态。
组织状态	粉末或结晶	

4.2 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
十水合焦磷酸钠 ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$), w/%	\geq 98.0	附录 A 中 A.4
无水焦磷酸钠 ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$), w/%	96.5~100.5	
正磷酸盐	通过试验	附录 A 中 A.5
pH (10 g/L 溶液)	9.9~10.7	附录 A 中 A.6
砷 (As) / (mg/kg)	\leq 3	附录 A 中 A.7

表 2 理化指标 (续)

项 目		指 标	检验方法
氟化物 (以 F 计) / (mg/kg)		≤ 50	附录 A 中 A.8
重金属 (以 Pb 计) / (mg/kg)		≤ 10	附录 A 中 A.9
铅 (Pb) / (mg/kg)		≤ 4	附录 A 中 A.10
水不溶物, w/%		≤ 0.2	附录 A 中 A.11
灼烧	(Na ₄ P ₂ O ₇ ·10H ₂ O), w/%	38.0~42.0	附录 A 中 A.12
减量	(Na ₄ P ₂ O ₇) ^a , w/%	≤ 0.5	
a: 灼烧减量 (Na ₄ P ₂ O ₇) 指标为出厂时检验指标。			

附录 A
(规范性附录)
检验方法

A.1 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！必要时，需在通风橱中进行。如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。

A.2 一般规定

本标准的检验方法中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—2008 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 之规定制备。

A.3 鉴别试验

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 盐酸。

A.3.1.2 硝酸溶液：1+1。

A.3.1.3 乙酸溶液：1+1。

A.3.1.4 氨水溶液：2+3。

A.3.1.5 硝酸银溶液：17 g/L。

A.3.2 分析步骤

A.3.2.1 钠离子鉴别

称取 1 g 试样，加 20 mL 水溶解，用铂丝环蘸盐酸润湿后，在火焰上燃烧至无色。再蘸取试液在火焰上燃烧，火焰应呈亮黄色。

A.3.2.2 焦磷酸根离子鉴别

A.3.2.2.1 试样溶液：将 0.1g 试样溶于 100mL 硝酸溶液中；

A.3.2.2.2 试验溶液 A：于 30mL 喹钼柠酮溶液中滴入 0.5mL 试样溶液；

A.3.2.2.3 试验溶液 B：将剩余的试样溶液于 95℃ 加热 10min，取 0.5mL 此溶液滴入 30mL 喹钼柠酮溶液中；

A.3.2.2.4 判定：试验溶液 B 立即形成黄色沉淀，试验溶液 A 则不出现。

A.4 焦磷酸钠的测定

A.4.1 方法提要

焦磷酸钠与盐酸反应生成焦磷酸二氢二钠，向溶液中加入硫酸锌，定量生成焦磷酸锌沉淀和硫酸，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定生成的硫酸，再根据氢氧化钠标准滴定溶液的消耗量计算出焦磷酸钠的含量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 盐酸溶液：1+20。

A.4.2.2 硫酸锌溶液：125 g/L；

将 125 g 硫酸锌 ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 溶解于水，用水稀释至 1 L，在 pH 计上，根据显示的 pH，用硫酸溶液 (1+500) 或氢氧化钠溶液 (6 g/L) 将 pH 调至 3.8。

A.4.2.3 无水焦磷酸钠；

a) 以工业无水焦磷酸钠为原料的制备方法：

第一次结晶：称取 30 g 工业无水焦磷酸钠，置于 400 mL 烧杯中，加 100 mL 水，加热溶解，用中速定量滤纸过滤。将滤液在冷水浴中冷却，析出结晶，倾出溶液，用少量水洗涤结晶两次。

第二次结晶：将第一次结晶用少量水加热溶解，在冷水浴中冷却，析出结晶，倾出溶液。

第三次结晶：将第二次结晶按第二次结晶方法再结晶一次。

b) 以试剂十水合焦磷酸钠为原料的制备方法：

称取 80 g 试剂十水合焦磷酸钠，按 a) 项中第一次和第二次结晶方法操作。

将上述方法重结晶的焦磷酸钠置于瓷坩埚中，于 400℃ 下灼烧至质量恒定。

A.4.2.4 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

标定：称取约 0.5 g 无水焦磷酸钠 (A.4.2.3)，精确至 0.000 2 g，置于 250 mL 烧杯中，加 90 mL 水溶解，在搅拌下加入盐酸溶液调至溶液 pH 为 3.8。加入 50 mL 硫酸锌溶液，搅拌 5 min，在搅拌下用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液的 pH 接近 3.6 停止滴定，搅拌 2 min 使溶液达到平衡，继续滴定至 pH 为 3.8，此时每加一滴后要搅拌 30 s。

每毫升 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液相当于焦磷酸钠的质量 (ρ) 以克每毫升 (g/mL) 表示，按公式 (A.1) 计算：

$$\rho = \frac{m_1}{V_1} \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中：

m_1 ——称取无水焦磷酸钠的质量的数值，单位为克 (g)；

V_1 ——在标定中消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)。

A.4.3 仪器和设备**A.4.3.1 电位滴定仪或pH计：分度值为0.01 mV或0.02。****A.4.3.2 电磁搅拌器。****A.4.4 分析步骤**

称取约 5 g 试样，精确至 0.000 2 g，将试样溶于水，转移至 500 mL 容量瓶中，稀释至刻度并摇匀，必要时过滤。

用移液管移取 50 mL 试验溶液置于 250 mL 烧杯中，加 40 mL 水，在搅拌下慢慢加入盐酸溶液调至溶液 pH 为 3.8，然后按 A.4.2.4 中所述步骤，从“加入 50 mL 硫酸锌溶液……”开始进行标定。

A.4.5 结果计算

无水焦磷酸钠含量以焦磷酸钠 ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$) 的质量分数 w_1 计，数值以%表示，按公式 (A.2) 计算：

$$w_1 = \frac{\rho V_2}{m \times (50/500)} \times 100\% \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

十水合焦磷酸钠含量以十水合焦磷酸钠 ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) 的质量分数 w_2 计，数值以%表示，按公

式 (A.3) 计算:

$$w_1 = \frac{\rho V_2 \times 1.678}{m \times (50/500)} \times 100\% \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

ρ ——每毫升氢氧化钠标准滴定溶液相当于无水焦磷酸钠的质量, 单位为克每毫升 (g/mL);

V_2 ——滴定试验溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

m ——试料的质量的数值, 单位为克 (g);

1.678——将无水焦磷酸钠换算为十水合焦磷酸钠的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

注: 本方法仅用于测定焦磷酸钠, 当有聚磷酸盐存在时, 此法不准确。

A.5 正磷酸盐试验

A.5.1 试剂和材料

硝酸银溶液: 17 g/L。

A.5.2 分析步骤

称取 1.0 g 研成粉末的试样, 加 2 滴~3 滴硝酸银溶液, 不得产生明显的黄色。

A.6 pH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

pH 计: 分度值为 0.02。

A.6.3 分析步骤

将参比电极和测量电极与 pH 计连接好, 预热、调零、定位。称取 1.00 g±0.01 g 试样, 置于 100 mL 烧杯中, 用无二氧化碳的水溶解, 全部移入 100 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。倒入 100 mL 干燥的烧杯中, 用 pH 计测定试验溶液的 pH。

A.7 砷的测定

A.7.1 试剂和材料

A.7.1.1 砷标准溶液: 1 mL溶液含砷 (As) 0.001 mg;

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的砷标准溶液, 置于 1000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。该溶液现用现配。

A.7.1.2 其他试剂同GB/T 5009.76—2003第9章。

A.7.2 仪器和设备

同 GB/T 5009.76—2003 第 10 章。

A.7.3 分析步骤

称取 1.00 g±0.01 g 试样, 置于测砷瓶中, 加 6 mL 盐酸溶解, 以下操作按 GB/T 5009.76—2003 中第

11 章的规定从“加水至 30 mL……”起进行测定。溴化汞试纸所呈砷斑颜色不得深于标准。

限量标准溶液的配制：移取 3.00 mL 砷标准溶液，与试样同时同样处理。

A. 8 氟化物的测定

A. 8.1 试剂和材料

A. 8.1.1 盐酸溶液：1+11。

A. 8.1.2 乙酸钠溶液：3 mol/L；

称取 204 g 乙酸钠 ($\text{CH}_3\text{COONa}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$)，溶于 300 mL 水中，加 1 mol/L 乙酸溶液调节 pH 至 7.0，加水稀释至 500 mL。

A. 8.1.3 柠檬酸钠溶液：0.75 mol/L；

称取 110 g 柠檬酸钠 ($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7\cdot 2\text{H}_2\text{O}$)，溶于 300 mL 水中，加 14 mL 高氯酸，再加水稀释至 500 mL。

A. 8.1.4 总离子强度缓冲剂：

乙酸钠溶液 (3 mol/L) 和柠檬酸钠溶液 (0.75 mol/L) 等量混合，临用时现配制。

A. 8.1.5 氟化物标准溶液：1 mL 溶液含氟 (F) 0.010 mg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的氟化物标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A. 8.2 仪器和设备

同 GB/T 5009.18—2003 第 12 章。

A. 8.3 分析步骤

A. 8.3.1 称取约 1 g 试样，精确至 0.0002 g，置于 50 mL 烧杯中，加少量水，再加 10 mL 盐酸溶液，煮沸 1 min，快速冷却后，将其转移至 50 mL 容量瓶中，加 25 mL 总离子强度缓冲剂，加水至刻度，摇匀，备用。

A. 8.3.2 分别移取 1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 氟化物标准溶液，置于 50 mL 容量瓶中，加 10 mL 盐酸溶液和 25 mL 总离子强度缓冲剂，加水至刻度，摇匀，备用。

A. 8.3.3 将氟电极和甘汞电极与测量仪器的负端、正端联接。电极插入盛有水的塑料烧杯中，杯中放有磁性搅拌子，在电磁搅拌器上以恒速搅拌，读取平衡电位值，更换 2 次~3 次水后，直至达到电极说明书中规定的电位值后，即可进行试样溶液和标准溶液的电位测定。

A. 8.3.4 由低至高浓度分别测定氟标准工作溶液的平衡电位。以电极电位为纵坐标，氟的质量 (mg) 为横坐标，在半对数坐标上绘制工作曲线。

同法测定试验溶液的平衡电位，从工作曲线上查出试样中氟离子的浓度 (mg/mL)。

A. 8.4 结果计算

氟化物含量以氟 (F) 的质量分数 w_3 计，数值以 mg/kg 表示，按公式(A.4)计算：

$$w_3 = \frac{m_1}{m \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (A.4)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中氟的质量的数值，单位为毫克 (mg)；

m ——试样质量的数值，单位为克 (g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 5 mg/kg。

A.9 重金属的测定

A.9.1 试剂和材料

A.9.1.1 盐酸溶液：1+1。

A.9.1.2 乙酸盐缓冲溶液：pH≈3.5；

称取 25.0 g 乙酸铵，加 25 mL 溶解，加 45 mL 盐酸溶液，再用稀盐酸或稀氨水调节 pH 至 3.5，用水稀释至 100 mL。

A.9.1.3 饱和硫化氢水（即用即配）。

A.9.1.4 铅标准溶液：1 mL 溶液含铅（Pb）0.010 mg；

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液使用前制备。

A.9.1.5 酚酞指示液：10 g/L。

A.9.2 仪器和设备

比色管：50 mL。

A.9.3 分析步骤

A.9.3.1 试验溶液的制备

称取 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于 50 mL 比色管中，加 20 mL 水溶解。加 1 滴酚酞指示液，用盐酸溶液中和至溶液为无色，加 5 mL 乙酸盐缓冲溶液、10 mL 饱和硫化氢水，用水稀释至刻度，摇匀。于暗处放置 10 min，所呈颜色不得深于标准比色溶液。

A.9.3.2 标准比色溶液的制备

移取 1.00 mL 的铅标准溶液，置于 50 mL 比色管中，加 20 mL 水，然后按 A.9.3.1 中所述步骤，从“加 5 mL 乙酸盐缓冲溶液……”开始与试验溶液同时同样处理。

A.10 铅的测定

A.10.1 试剂和材料

A.10.1.1 4-甲基-2-戊酮（MIBK）。

A.10.1.2 氨水溶液：1+1。

A.10.1.3 硫酸铵溶液：300 g/L；

称取 30 g 硫酸铵，用水溶解并加水至 100 mL。

A.10.1.4 柠檬酸铵溶液：250 g/L；

称取 25 g 柠檬酸铵，用水溶解并加水至 100 mL。

A.10.1.5 二乙基二硫代氨基甲酸钠（DDTC）溶液：50 g/L；

称取 5 g 二乙基二硫代氨基甲酸钠，用水溶解并加水至 100 mL。

A.10.1.6 铅标准溶液：1 mL 溶液含铅（Pb）0.010 mg；

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的铅标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A.10.1.7 溴百里酚蓝指示液：1 g/L。

A.10.1.8 二级水：符合 GB/T 6682—2008 的规定。

A.10.2 仪器和设备

原子吸收分光光度计：附铅空心阴极灯。

A.10.3 分析步骤

A.10.3.1 试验溶液的制备

称取约 5 g 试样，精确至 0.01 g，置于 150 mL 烧杯中，加 20 mL 水溶解后转移至 125 mL 分液漏斗中，补加水至 60 mL，加 2 mL 柠檬酸铵溶液，3 滴~5 滴溴百里酚蓝指示液，用氨水溶液调 pH 至溶液由黄色变蓝色，加 10 mL 硫酸铵溶液，10 mL 二乙基二硫代氨基甲酸钠 (DDTC) 溶液，摇匀。放置 5 min 左右，加入 10.0 mL 4-甲基-2-戊酮 (MIBK)，剧烈振摇提取 1 min，静置分层后，弃去水层，将 MIBK 层放入 10 mL 带塞刻度管中，备用。

同时做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

A.10.3.2 标准溶液的制备

分别移取铅标准溶液 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL，置于 125 mL 分液漏斗中，然后按 A.10.3.1 中所述步骤，从“补加水至 60 mL……”开始与试验溶液同时同样处理。

A.10.4 测定

将仪器调至最佳工作状态，用水调零。将萃取液进样，可适当减小乙炔气的流量，在 283.3 nm 处测定标准溶液、试验溶液及空白试验溶液的吸光度。

从每个标准溶液的吸光度中减去零标准溶液的吸光度，以铅的质量 (mg) 为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

根据测得的试验溶液和空白试验溶液的吸光度，从工作曲线上查铅的质量。

A.10.5 结果计算

铅含量以铅 (Pb) 的质量分数 w_4 计，数值以 mg/kg 表示，按公式 (A.5) 计算：

$$w_4 = \frac{m_1 - m_0}{m \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (A.5)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铅的质量的数值，单位为毫克 (mg)；

m_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铅的质量的数值，单位为毫克 (mg)；

m ——试样质量的数值，单位为克 (g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 1 mg/kg。

A.11 水不溶物的测定

A.11.1 仪器和设备

A.11.1.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径为 5 μm ~15 μm 。

A.11.1.2 电热恒温干燥箱：控制温度 105 $^{\circ}\text{C}$ \pm 2 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.11.2 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 水并加热溶解，用预先在 105 $^{\circ}\text{C}$ \pm 2 $^{\circ}\text{C}$ 下质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤，用热水洗涤至滤液呈无碱性。将玻璃砂坩埚置于 105 $^{\circ}\text{C}$ \pm 2 $^{\circ}\text{C}$ 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

A.11.3 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_5 计，数值以%表示，按公式 (A.6) 计算：

$$w_5 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.6)$$

式中：

m_1 ——水不溶物和玻璃砂坩埚的质量的数值，单位为克 (g)；

m_0 ——玻璃砂坩埚的质量的数值，单位为克 (g)；

m ——试料质量的数值，单位为克 (g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

A. 12 灼烧减量的测定

A. 12.1 仪器和设备

A. 12.1.1 电热恒温干燥箱：控制温度 $110\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 。

A. 12.1.2 高温炉：能控制温度 $800\text{ }^\circ\text{C} \pm 25\text{ }^\circ\text{C}$ 。

A. 12.1.3 瓷坩埚。

A. 12.2 分析步骤

称取约 5 g 试样，精确至 0.01 g，置于在 $800\text{ }^\circ\text{C} \pm 25\text{ }^\circ\text{C}$ 下质量恒定的瓷坩埚中，于 $110\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 下烘 4 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. 12.3 结果计算

灼烧减量以质量分数 w_6 计，数值以%表示，按公式 (A.7) 计算：

$$w_6 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.7)$$

式中：

m_1 ——灼烧后试样和瓷坩埚的质量的数值，单位为克 (g)；

m_0 ——瓷坩埚的质量的数值，单位为克 (g)；

m ——试料质量的数值，单位为克 (g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值分别为：无水焦磷酸钠不大于 0.01%；十水合焦磷酸钠不大于 0.1%。