



# 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:  $\text{CaHPO}_4$

#### 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
	—	98.0~105.0	

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), $w/\%$	≤	0.05	附录 A 中 A.5
氟(F)(以干基计)/(mg/kg)	≤	50.0	GB/T 5009.18
铅(Pb)(以干基计)/(mg/kg)	≤	2.0	附录 A 中 A.6
砷(As)(以干基计)/(mg/kg)	≤	2.0	附录 A 中 A.7
重金属(以 Pb 计)(以干基计)/(mg/kg)	≤	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 ℃~50 ℃,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  $\text{CaHPO}_4$  计)的质量分数  $w_1$  按式(A.1)计算。

$$w_1 = \frac{[(V - V_0)/1000] \times c \times M \times 250}{m_1 \times 25} \times 100\% \quad (\text{A.1})$$

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( $\text{CaHPO}_4$ )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  $800 \text{ }^\circ\text{C} \sim 825 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

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  $800 \text{ }^\circ\text{C} \sim 825 \text{ }^\circ\text{C}$  灼烧至质量恒定的瓷坩埚中,于  $800 \text{ }^\circ\text{C} \sim$

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。

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 $5\text{ }\mu\text{m}\sim15\text{ }\mu\text{m}$ 。

A.5.2.2 电热恒温干燥箱：控温范围为  $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

### 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 ℃ ± 2 ℃ 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 ℃ ± 2 ℃ 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。

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。

---