

中华人民共和国国家标准

GB 25560—2010

食品安全国家标准
食品添加剂 磷酸二氢钾

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 磷酸二氢钾

1 范围

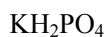
本标准适用于热法磷酸和氢氧化钾为原料制得的食品添加剂磷酸二氢钾。

2 规范性引用文件

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



3.2 相对分子质量

136.09（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	晶状粉末或颗粒	

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
磷酸二氢钾(KH ₂ PO ₄)(以干基计), w/%	≥ 98.0	附录 A 中 A.4
水不溶物, w/%	≤ 0.2	附录 A 中 A.5
砷(As), / (mg/kg)	≤ 3	附录 A 中 A.6
重金属(以Pb计)/(mg/kg)	≤ 10	附录 A 中 A.7
铅 (Pb) / (mg/kg)	≤ 2	附录 A 中 A.8
氟化物(以F计)/(mg/kg)	≤ 10	附录 A 中 A.9
pH(10g/L溶液)	4.2~4.7	附录 A 中 A.10
干燥减量, w/%	≤ 1.0	附录 A 中 A.11

附录 A
(规范性附录)
检验方法

A.1 安全提示

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！如溅到皮肤上应立即用大量水冲洗，严重者应立即治疗。试验中所用易燃品，操作时不应使用明火。

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 氨水溶液：2+3。

A.3.1.2 硝酸溶液：1+8。

A.3.1.3 硝酸银溶液：17 g/L。

A.3.2 分析步骤**A.3.2.1 磷酸根的鉴别**

称取约 1g 试样，溶于 20 mL 水中，加硝酸银溶液，生成黄色沉淀，此沉淀溶于氨水溶液或硝酸溶液。

A.3.2.2 钾离子的鉴别

称量 1 g 试样，加 20mL 水溶解。用铂丝环蘸盐酸，在火焰上燃烧至无色。再蘸取试验溶液在火焰上燃烧，用钴玻璃观看火焰应呈紫色。

A.4 磷酸二氢钾的测定**A.4.1 重量法(仲裁法)****A.4.1.1 方法提要**

在酸性介质中，试验溶液中的磷酸根与加入的喹钼柠酮溶液形成磷钼酸喹啉沉淀，通过过滤、干燥、称量，计算出磷酸二氢钾含量。

A.4.1.2 试剂和材料

A.4.1.2.1 硝酸溶液：1+1。

A.4.1.2.2 喹钼柠酮溶液。

A.4.1.3 仪器和设备

A.4.1.3.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径为5 μm~15 μm。

A.4.1.3.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在180℃±5℃。

A.4.1.4 分析步骤**A.4.1.4.1 试验溶液的制备**

称取在 105℃±2℃电热恒温干燥箱干燥 4h 的试样约 1.0 g，精确至 0.000 2 g，置于 100mL 烧杯中，

加入 50mL 水溶解，移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A. 4. 1. 4. 2 空白试验溶液的制备

除不加试样外，其他加入的试剂量与试验溶液的制备完全相同，与试样同时同样处理。

A. 4. 1. 4. 3 测定

用移液管移取 10.00mL 试验溶液和空白试验溶液分别置于 250mL 烧杯中，加入 10mL 硝酸溶液，加水至总体积约 100 mL，盖上表面皿，加热煮沸 5 min。冷却至烧杯内的物质达到 $75^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ ，加入 50mL 喹钼柠酮溶液（在加入试剂和加热过程中，不得使用明火，不得搅拌，以免凝块）。冷却，在冷却过程中搅拌 3 次~4 次，用预先在 $180^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 烘干至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤。先将上层清液过滤，以倾析法用洗瓶冲洗沉淀 6 次，每次用水约 30 mL，最后将沉淀移入玻璃砂坩埚中过滤，再用水洗涤沉淀 4 次。将玻璃砂坩埚连同沉淀置于 $180^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 电热恒温干燥箱中，从温度稳定时计时，干燥 45 min。取出稍冷后，置于干燥器中，冷却至室温，称量。

A. 4. 1. 5 结果计算

磷酸二氢钾含量以磷酸二氢钾(KH_2PO_4)的质量分数 w_1 计，数值以%表示，按公式(A.1)计算：

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.0615}{m \times (10/250)} \times 100\% \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中：

m_1 ——试验溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——空白试验溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试样质量的数值，单位为克（g）；

0.0615——磷钼酸喹啉换算成磷酸二氢钾的系数。

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%。

A. 4. 2 酸碱滴定法

A. 4. 2. 1 方法提要

在试样中准确加入过量的盐酸标准滴定溶液，用氢氧化钠标准溶液滴定过量的盐酸标准滴定溶液，以酸度计指示突跃点，根据氢氧化钠标准滴定溶液的消耗量，计算磷酸二氢钾含量。

A. 4. 2. 2 试剂和材料

A. 4. 2. 2. 1 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl})=1\text{mol/L}$ 。

A. 4. 2. 2. 2 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=1\text{mol/L}$ 。

A. 4. 2. 3 仪器和设备

A. 4. 2. 3. 1 pH计：分度值为0.02。

A. 4. 2. 3. 2 电磁搅拌器：配有搅拌转子。

A. 4. 2. 4 分析步骤

称取预先在 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 电热恒温干燥箱干燥 4h 的约 5g 试样，精确至 0.000 2g，置于一个 250mL 烧杯中，加入 40.00mL 盐酸标准滴定溶液和 50mL 水。然后置于电磁搅拌器上，放入搅拌转子，搅拌至样品完全溶解。然后将已校准的 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过量的盐酸标准滴定溶液，直至 $\text{pH} \approx 4.0$ 出现突跃点，记录滴定读数（ V ），计算样品消耗盐酸标准滴定溶液的体积（ V_1 ）。用氢氧化钠标准滴定溶液继续滴定至 $\text{pH} \approx 8.8$ 出现突跃点，记录滴定读数，计算在这两个突跃点（ $\text{pH} \approx 4.0$ 至 $\text{pH} \approx 8.8$ ）之间滴定消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积（ V_2 ）。

A.4.2.5 结果计算

样品消耗盐酸标准滴定溶液的体积 (V_1) 按公式 (A.2) 计算:

$$V_1 = \frac{40.0c_1 - Vc_2}{c_1} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

V ——滴定至 $\text{pH} \approx 4.0$ 出现突跃点时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

c_1 ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度的数值, 单位为摩尔每升 (mol/L);

c_2 ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度的数值, 单位为摩尔每升 (mol/L)。

磷酸二氢钾以磷酸二氢钾 (KH_2PO_4) 的质量分数 w_1 计, 数值以%表示, 按公式 (A.3) 计算:

$$w_1 = \frac{(V_2c_2 - V_1c_1) \times M \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

V_1 ——滴定至 $\text{pH} \approx 4$ 出现突跃点时消耗的盐酸标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

V_2 —— $\text{pH} \approx 4.0 \sim \text{pH} \approx 8.8$ 之间滴定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);

c_1 ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值, 单位为每升摩尔 (mol/L);

c_2 ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确的数值, 单位为每升摩尔 (mol/L);

m ——试料质量的数值, 单位为克 (g);

M ——磷酸二氢钾(KH_2PO_4)的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=136.09$)。

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 0.2%。

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

A.5.1.2 电热恒温干燥箱: 温度能控制在 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 。

A.5.2 分析步骤

称取约 10 g 试样, 精确至 0.01 g, 置于 400 mL 烧杯中, 加 100 mL 水并加热煮沸, 趁热用预先在 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 电热恒温干燥箱烘至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤, 用 200 mL 热水分 10 次洗涤水不溶物。将玻璃砂坩埚连同水不溶物置于 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 电热恒温干燥箱中, 烘至质量恒定。

A.5.3 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_2 计, 数值以%表示, 按公式(A.4)计算:

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

式中:

m_2 ——水不溶物和玻璃砂坩埚的质量的数值, 单位为克 (g);

m_1 ——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 0.002%。

A.6 砷的测定

称取 $0.50\text{g}\pm 0.01\text{g}$ 试样，置于 100mL 烧杯中，加 20 mL 水和 10 mL 盐酸溶液(1+1)，加热溶解后，全部转移至测砷瓶中，加水至总体积约 40mL，按 GB/T 5009.76—2003 的第 11 章规定测定。

限量标准溶液的配制：移取 1.50 mL 砷标准溶液[1 mL 溶液含砷 (As) $1.0\mu\text{g}$]，与试样同时同样处理。

A.7 重金属的测定

称取 $5.00\text{g}\pm 0.01\text{g}$ 试样，置于 100mL 烧杯中，加 80 mL 水，加热溶解后移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。用中速滤纸干过滤，弃去最初 20mL 溶液，用移液管移取 20mL 试验溶液置于 50mL 比色管中。加 1 滴酚酞指示液 (10g/L)，用氢氧化钠溶液 (40g/L) 调节至溶液呈中性，加水至总体积约 30mL，按 GB/T5009.74—2003 的第 6 章测定。

标准比色溶液的配制：用移液管移取 1 mL 铅标准溶液[1 mL 溶液含铅 (Pb) 0.010mg]，与试样同时同样处理。

A.8 铅的测定

A.8.1 试剂和材料

A.8.1.1 盐酸。

A.8.1.2 硝酸。

A.8.1.3 氢氧化钠溶液：200g/L。

A.8.1.4 三氯甲烷。

A.8.1.5 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵 (APDC) 溶液：20g/L。使用前过滤。

A.8.1.6 铅标准溶液：1 mL 溶液含铅 (Pb) 0.010 mg；

移取 1.00mL 按 HG/T3696.2 配制的铅标准溶液，置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。

A.8.1.7 二级水：符合 GB/T 6682—2008 的规定。

A.8.2 仪器和设备

原子吸收分光光度计。

A.8.3 分析步骤

A.8.3.1 试验溶液的制备

称取约 10g 试样，精确至 0.01g，置于 150mL 烧杯中。加 30mL 水和 2mL 盐酸溶解试样。加热煮沸几分钟，冷却，稀释至 100mL，用氢氧化钠溶液调整 pH 至 1.0~1.5。将溶液全部转移至 250mL 分液漏斗里，用水稀释至约 150mL。加 2mL 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵 (APDC) 溶液，混合。用三氯甲烷萃取两次，每次加入 20 mL，将萃取液 (即有机相) 收集于 50mL 干净烧杯中，汽浴蒸发近干，加 3mL 硝酸，加热近干。然后加 0.5mL 硝酸和 10mL 去离子水，加热到剩下 3 mL~5mL。转移硝化后的萃取液置于 10mL 容量瓶，用水稀释至刻度，摇匀。

A.8.3.2 空白试验溶液的制备

取 30 mL 水置于 150 mL 烧杯中，加入 1 mL 盐酸。以下操作同 A.8.3.1 中“加热煮沸几分钟，冷却，稀释至 100 mL……转移硝化后的萃取液置于 10 mL 容量瓶，用水稀释至刻度，摇匀”。

A.8.3.3 标准溶液的制备

移取 4.00 mL 铅标准溶液置于 150 mL 烧杯中，加入 1 mL 盐酸。以下操作同 A.8.3.1 中“加热煮沸几分钟，冷却，稀释至 100 mL……转移硝化后的萃取液置于 10 mL 容量瓶，用水稀释至刻度，摇匀”。

A.8.3.4 测定

A.8.3.4.1 仪器条件：共振线 283.3 nm；狭缝 0.7 nm；空气-乙炔火焰。

A.8.3.4.2 测定：将试验溶液、标准溶液导入原子吸收分光光度计中，以空白试验溶液调零，试验溶液的吸收值不能高于标准溶液吸收值。

A.9 氟化物的测定

A.9.1 试剂和材料

A.9.1.1 盐酸溶液：1+4。

A.9.1.2 硝酸溶液：1+15。

A.9.1.3 氢氧化钠溶液：100 g/L。

A.9.1.4 缓冲溶液：将 270 g 二水柠檬酸钠($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)和 24 g 柠檬酸($\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于 800 mL 水中，然后用水稀释到 1 000 mL。

A.9.1.5 氟化物标准溶液：1 mL 溶液含氟 (F) 0.010 mg；

移取 1.00 mL 按 HG/T3696.2 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。此溶液用时配制。

A.9.1.6 溴甲酚绿指示液：1 g/L。

A.9.2 仪器和设备

A.9.2.1 氟离子选择电极。

A.9.2.2 饱和甘汞电极。

A.9.2.3 电位计。

A.9.3 分析步骤

A.9.3.1 仪器的调整

将氟离子选择电极和饱和甘汞电极与测量仪器的负端与正端相连接，电极插入盛有水的塑料杯中，在电磁搅拌中（使用聚乙烯转子），读取平衡电位值，更换 2 次~3 次水后，待电位达到电极说明书中规定的电位值后，即可进行电位测定。

A.9.3.2 工作曲线的绘制

移取液 1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 和 10.00 mL 氟化物标准溶液，分别置于 6 个 50 mL 容量瓶中，加 1 mL 盐酸溶液、5 滴缓冲溶液、2 滴溴甲酚绿指示液。用氢氧化钠溶液调节溶液为蓝色，再用硝酸溶液调节溶液为黄色，加 20 mL 缓冲溶液，用水稀释至刻度，摇匀。将溶液倒入清洁、干燥的 50 mL 烧杯中，置于电磁搅拌器上，放入搅拌子，插入氟离子选择电极和饱和甘汞电极，开启搅拌器，记录平衡时的电位值。以氟离子含量的对数值为横坐标，相应的电位值为纵坐标，绘制工作曲线。

A.9.3.3 测定

称取约 3 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 50 mL 容量瓶中，加 10 mL 水，以下操作按 A.9.3.2 “加 1 mL 盐酸溶液……”至“记录平衡时的电位值”。从工作曲线上查出相应的氟离子含量的对数，求反对数得到氟离子质量。

A.9.4 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.5)计算：

$$w_3 = \frac{m_1}{m \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (A.5)$$

式中：

m_1 ——试验溶液中的氟离子的质量的数值，单位为毫克（mg）；

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 2 mg/kg。

A. 10 pH的测定

A. 10.1 仪器和设备

pH 计：分度值为 0.02。

A. 10.2 分析步骤

称取 $1.00\text{g} \pm 0.01\text{g}$ 试样，置于 100 mL 容量瓶中，用水溶解并稀释至刻度，摇匀。用已校正过的 pH 计测量溶液的 pH。

A. 11 干燥减量的测定

A. 11.1 仪器和设备

电热恒温干燥箱：温度能控制在 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 。

A. 11.2 分析步骤

用已于 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥至质量恒定的称量瓶称取约 5g 试样，精确至 0.000 2g，置于 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中，干燥 4h，将称量瓶置于干燥器冷却至室温，称量。

A. 11.3 结果计算

干燥减量以质量分数 w_4 计，数值以%表示，按公式(A.6)计算：

$$w_4 = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.6)$$

式中：

m_1 ——干燥后试料的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试料的质量的数值，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 0.01%。