



中华人民共和国国家标准

GB 25563—2010

食品安全国家标准
食品添加剂 磷酸三钾

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 磷酸三钾

1 范围

本标准适用于以热法磷酸和氢氧化钾或碳酸钾反应制得的食品添加剂磷酸三钾。

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

无水物磷酸三钾： K_3PO_4

水合磷酸三钾： $K_3PO_4 \cdot nH_2O$

3.2 相对分子质量

无水物磷酸三钾：212.27（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	晶体粉末或颗粒	

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
磷酸三钾 (K_3PO_4) (灼烧干基), w/%	\geq 97.0	附录 A 中 A.4
pH (10 g/L 溶液)	11.5~12.5	附录 A 中 A.5
砷 (As) / (mg/kg)	\leq 3	附录 A 中 A.6
氟化物 (以 F 计) / (mg/kg)	\leq 10	附录 A 中 A.7
重金属 (以 Pb 计) / (mg/kg)	\leq 10	附录 A 中 A.8
铅 (Pb) / (mg/kg)	\leq 2	附录 A 中 A.9

表 2 理化指标 (续)

项 目		指 标	检验方法
水不溶物, w/%		≤ 0.2	附录 A 中 A.10
灼烧减量	无水物, w/%	≤ 5.0	附录 A 中 A.11
	水合物, w/%	8.0~20.0	

附 录 A
(规范性附录)
检验方法

A.1 警示

本试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,严重者应立即治疗。

A.2 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—2008规定的三级水。试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂和制品,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 乙醇。

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.3.1.6 酒石酸氢钠溶液: 1+10。

A.3.2 分析步骤

A.3.2.1 钾离子的鉴别

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,在钴玻璃下,火焰应呈紫色。

在中性、浓缩或适当浓缩的钾盐溶液中,加入酒石酸氢钠溶液会慢慢生成白色沉淀,这种沉淀溶于氨水溶液和碱性溶液,加入少量的乙酸溶液或乙醇会加速沉淀的生成。

A.3.2.2 磷酸根的鉴别

称取 0.1 g 试样,溶于 10 mL 水中,加 1 mL 硝酸银溶液,生成黄色沉淀,此沉淀溶于氨水溶液,不溶于乙酸溶液。

A.4 磷酸三钾的测定

A.4.1 重量法(仲裁法)

A.4.1.1 方法提要

在酸性介质中,以喹钼柠酮沉淀剂将试验溶液中的磷酸根全部形成磷钼酸喹啉沉淀,沉淀经过滤、烘干、称量后,计算试样中的磷酸三钾含量。

A.4.1.2 试剂和材料

A.4.1.2.1 硝酸。

A.4.1.2.2 硝酸溶液: 1+1。

A.4.1.2.3 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 $5\ \mu\text{m}\sim 15\ \mu\text{m}$ 。

A.4.1.3.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 $180\ \text{℃}\pm 5\ \text{℃}$ 或 $250\ \text{℃}\pm 10\ \text{℃}$ 。

A.4.1.4 分析步骤

A.4.1.4.1 试验溶液的制备

称取约 2 g 按 A.11 灼烧后试样，精确至 0.000 2 g，置于 100 mL 烧杯中，用水溶解后全部移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A.4.1.4.2 测定

用移液管移取 10.00 mL 试验溶液置于 250 mL 烧杯中，加 10 mL 硝酸溶液，加水至总体积约 100 mL，加 50 mL 喹钼柠酮溶液，盖上表面皿，于电热板或水浴中加热至杯内物温度达 $75\ \text{℃}\pm 5\ \text{℃}$ ，保持 30 s（加热时不得用明火，加试剂或加热时不能搅拌，以免生成凝块）。冷却至室温，冷却过程中搅拌 3~4 次。用预先在 $180\ \text{℃}\pm 5\ \text{℃}$ 或 $250\ \text{℃}\pm 10\ \text{℃}$ 干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤，先将上层清液滤完，用倾析法洗涤沉淀两次，每次用水约 20 mL，将沉淀转移至玻璃砂坩埚中，继续用水洗涤沉淀和坩埚内壁多次，所用洗涤水共约 150 mL。洗毕，将玻璃砂坩埚置于电热恒温干燥箱中，于 $180\ \text{℃}\pm 5\ \text{℃}$ 烘 45 min 或 $250\ \text{℃}\pm 10\ \text{℃}$ 烘 15 min，取出，置于干燥器中冷却至室温，称量，精确至 0.000 2 g。

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.4.1.5 结果计算

磷酸三钾以磷酸三钾 (K_3PO_4) 的质量分数 w_1 计，数值以%表示，按公式 (A.1) 计算：

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.09592}{m \times (10/250)} \times 100\% \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中：

m_1 ——试验溶液生成磷钼酸喹啉沉淀的的质量的数值，单位为克 (g)；

m_2 ——空白试验溶液生成磷钼酸喹啉沉淀的的质量的数值，单位为克 (g)；

m ——试料的质量的数值，单位为克 (g)；

0.09592——磷钼酸喹啉换算成磷酸三钾的系数。

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 0.2%。

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，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定过量的盐酸标准滴定溶液，以 pH 计指示突跃点，根据氢氧化钠标准滴定溶液的消耗量计算出磷酸三钾的含量。

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。

A.4.2.4 分析步骤

称取约 4 g 按 A.11 灼烧后试样, 精确至 0.000 2 g, 置于 400 mL 的烧杯中, 加 40 mL 不含二氧化碳的水溶解。用移液管准确加入 50.00 mL 盐酸标准滴定溶液, 缓缓煮沸除去二氧化碳, 冷却。将已校正的 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至 pH 约为 4.0 时, 记录滴定消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积 V , 计算样品消耗的盐酸标准滴定溶液的体积 V_1 。防止溶液从空气中吸收二氧化碳, 继续用氢氧化钠标准滴定溶液滴定此溶液至 pH 约为 8.8 时, 记录这次滴定消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积 V_2 (即从 pH \approx 4.0 至 pH \approx 8.8 滴定消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积)。

A. 4. 2. 5 结果计算

试验溶液用盐酸标准滴定溶液滴定至 pH \approx 4.0 时所消耗盐酸标准滴定溶液的体积 V_1 , 按公式 (A.2) 计算:

$$V_1 = \frac{50c_1 - Vc_2}{c_1} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

V ——试验溶液加 50 mL 盐酸标准滴定溶液反应后, 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至 pH \approx 4.0 时所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 ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值, 单位为摩尔每升 (mol/L);

c_2 ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值, 单位为摩尔每升 (mol/L)。

磷酸三钾含量以磷酸三钾 (K_3PO_4) 的质量分数 w_1 计, 数值以%表示, 按公式 (A.3) 或公式 (A.4) 计算:

$$\text{当 } V_1c_1 \geq 2 V_2c_2 \text{ 时, } w_1 = \frac{V_2c_2M \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.3)$$

$$\text{当 } V_1c_1 < 2 V_2c_2 \text{ 时, } w_1 = \frac{(V_1c_1 - V_2c_2)M \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

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

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

V_1 ——试验溶液用盐酸标准滴定溶液滴定至 pH \approx 4.0 时所消耗盐酸标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

V_2 ——从 pH \approx 4.0 开始用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至 pH \approx 8.8 时所消耗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);

M ——磷酸三钾 (K_3PO_4) 的摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=212.27$)。

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 pH的测定

A. 5. 1 试剂和材料

无二氧化碳的水。

A. 5. 2 仪器和设备

pH 计: 分度值为 0.02 。

A. 5.3 分析步骤

称取 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于 100 mL 烧杯中，用无二氧化碳的水溶解，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。倒入 100 mL 干燥的烧杯中，用 pH 计测定试验溶液的 pH。

A. 6 砷的测定

A. 6.1 试剂和材料

A. 6.1.1 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. 6.1.2 其他试剂同 GB/T 5009.76—200 的 3 第 9 章。

A. 6.2 仪器和设备

同 GB/T 5009.76—2003 的第 10 章。

A. 6.3 分析步骤

称取 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 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“加水至 30 mL……”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. 7 氟化物的测定

A. 7.1 试剂和材料

A. 7.1.1 盐酸溶液：1+11。

A. 7.1.2 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. 7.1.3 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. 7.1.4 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. 7.1.5 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. 7.2 仪器和设备

同 GB/T 5009.18—2003 第 12 章。

A. 7.3 分析步骤

A. 7.3.1 称取约 3 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 50 mL 烧杯中，加少量水，再加 10 mL 盐酸溶液，溶解后将其转移至 50 mL 容量瓶中，密闭浸泡提取 1 h (不时轻轻摇动)，应尽量避免试样沾于瓶壁上。提取后加 25 mL 总离子强度缓冲剂，加水至刻度，摇匀，备用。

A. 7.3.2 分别移取 1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL 氟标准溶液，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. 7. 3. 3 将氟电极和饱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，杯中放有套聚乙烯管的铁搅拌棒，在电磁搅拌中，读取平衡电位值，更换 2 次~3 次水后，待电位值平衡后，即可进行试样溶液和标准溶液的电位测定。

A. 7. 3. 4 以电极电位值为纵坐标，氟的质量（mg）为横坐标，在半对数坐标上绘制工作曲线，根据试样电位值在工作曲线上查出相应的氟的质量。

A. 7. 4 结果计算

氟化物含量以氟（F）的质量分数 w_2 计，数值以 mg/kg 表示，按公式（A.5）计算：

$$w_2 = \frac{m_1}{m \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (A.5)$$

式中：

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

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 1 mg/kg。

A. 8 重金属的测定

A. 8. 1 试剂和材料

A. 8. 1. 1 盐酸溶液：1+1。

A. 8. 1. 2 乙酸盐缓冲溶液：pH≈3.5；

称取 25.0 g 乙酸铵，加 25 mL 水溶解，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. 8. 1. 3 饱和硫化氢水（现用现配）。

A. 8. 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. 8. 1. 5 酚酞指示液：10 g/L。

A. 8. 2 仪器和设备

比色管：50 mL。

A. 8. 3 分析步骤

A. 8. 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. 8. 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.8.3.1 中所述步骤，从“加 5 mL 乙酸盐缓冲溶液……”开始与试样比色溶液同时同样处理。

A. 9 铅的测定

A. 9. 1 试剂和材料

A. 9. 1. 1 4-甲基-2-戊酮（MIBK）。

A.9.1.2 氨水溶液：1+1。

A.9.1.3 硫酸铵溶液：300 g/L。

称取 30 g 硫酸铵〔(NH₄)₂SO₄〕，用水溶解并加水至 100 mL。

A.9.1.4 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.9.1.5 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.9.1.6 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.9.1.7 溴百里酚蓝指示液：1 g/L。

A.9.1.8 二级水：符合 GB/T 6682—2008 的规定。

A.9.2 仪器和设备

原子吸收分光光度计：附铅空心阴极灯。

A.9.3 分析步骤

A.9.3.1 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 至溶液由黄变蓝，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 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 4-甲基-2-戊酮（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.9.3.2 标准溶液的制备

分别移取铅标准溶液 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL，置于 125 mL 分液漏斗中，然后按 A.9.3.1 中所述步骤，从“补加水至 60 mL……”开始与试样溶液同时同样处理。

A.9.3.3 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.9.4 结果计算

铅含量以铅（Pb）的质量分数 w_3 计，数值以 mg/kg 表示，按公式（A.6）计算：

$$w_3 = \frac{m_1 - m_0}{m \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (A.6)$$

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 0.5 mg/kg。

A.10 水不溶物的测定

A.10.1 仪器和设备

A.10.1.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径为 5 μm ~15 μm 。

A.10.1.2 电热恒温干燥箱：控制温度 105 $^{\circ}\text{C}$ \pm 2 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.10.2 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，用热水洗涤至滤液不呈碱性。将玻璃砂坩埚置于 105 $^{\circ}\text{C}$ \pm 2 $^{\circ}\text{C}$ 电热恒温干燥箱中烘至质量恒定。

A.10.3 结果计算

水不溶物以质量分数 w_4 计，数值以%表示，按公式（A.7）计算：

$$w_4 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \dots\dots\dots \text{(A.7)}$$

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 0.02%。

A.11 灼烧减量的测定

A.11.1 仪器和设备

A.11.1.1 高温炉：控制温度 800 $^{\circ}\text{C}$ \pm 25 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.11.1.2 瓷坩埚。

A.11.2 分析步骤

称取约 5 g 试样，精确至 0.01 g，置于在 800 $^{\circ}\text{C}$ \pm 25 $^{\circ}\text{C}$ 下质量恒定的瓷坩埚中，于 800 $^{\circ}\text{C}$ \pm 25 $^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中灼烧 30 min，置于干燥器中冷却至室温，称量。

A.11.3 结果计算

灼烧减量以质量分数 w_5 计，数值以%表示，按公式（A.8）计算：

$$w_5 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \dots\dots\dots \text{(A.8)}$$

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分别为：无水磷酸三钾不大于 0.01%；水合磷酸三钾不大于 0.1%。