



中华人民共和国国家标准

GB 25586—2010

食品安全国家标准

食品添加剂 碳酸氢三钠(倍半碳酸钠)

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 碳酸氢三钠（倍半碳酸钠）

1 范围

本标准适用于以碳酸钠、碳酸氢钠或天然碱为原料采用重结晶法生产的食品添加剂碳酸氢三钠（倍半碳酸钠）。

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

226.03（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	针状、片状结晶或结晶粉末	

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
碳酸氢钠 (NaHCO ₃), w/%	35.0~38.6	附录 A 中的 A.4
碳酸钠 (Na ₂ CO ₃), w/%	46.4~50.0	附录 A 中的 A.5
氯化物 (以 Cl 计), w/%	≤ 0.3	附录 A 中的 A.6
水分, w/%	13.8~16.7	附录 A 中的 A.7
铁 (Fe) /(mg/kg)	≤ 20	附录 A 中的 A.8
重金属 (以 Pb 计) /(mg/kg)	≤ 5	附录 A 中的 A.9
铅 (Pb) /(mg/kg)	≤ 2	附录 A 中的 A.10
砷 (As) /(mg/kg)	≤ 1	附录 A 中的 A.11

表 2 (续)

项 目		指 标	检验方法
硫酸盐 (以 SO_4 计), $w/\%$	\leq	0.02	附录 A 中的 A.12
澄清度		通过试验	附录 A 中的 A.13
堆积密度 $\rho/(g/mL)$	\geq	0.7	附录 A 中的 A.14

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！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。会产生挥发性有害气体的操作，应在通风橱中进行。

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 钠离子的鉴别

用盐酸润湿铂丝，在火焰上燃烧至无色，再蘸取少许试验溶液在火焰上燃烧，火焰即呈亮黄色。

A.3.2 碳酸盐的鉴别

取试样少许，加盐酸溶液（1+2）后可产生气体，该气体通入氢氧化钙溶液（3 g/L）中有白色沉淀产生。

A.4 碳酸氢钠的测定

A.4.1 盐酸滴定法（仲裁法）

A.4.1.1 方法提要

将试样溶解后加入一定量的氢氧化钠标准滴定溶液，再加入氯化钡溶液使之与碳酸钠反应，加入酚酞指示剂，用盐酸标准滴定溶液滴定至终点。

A.4.1.2 试剂和材料

A.4.1.2.1 无二氧化碳的水。

A.4.1.2.2 氯化钡溶液：100 g/L。

A.4.1.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}$ 。

A.4.1.2.4 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$ 。

A.4.1.2.5 酚酞指示液。

A.4.1.3 分析步骤

称取约 2 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 400 mL 烧杯中，加入 200 mL 冷却的无二氧化碳的水溶解。准确加入 20 mL 氢氧化钠标准滴定溶液，加入 100 mL 氯化钡溶液，摇匀。加入 3 滴~5 滴酚酞指示液，用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液呈恰好无色为终点。同时进行空白试验。

空白试验除不加试样外，其他操作及加入试剂的种类和量（标准滴定溶液除外）与测定试验相同。

A.4.1.4 结果计算

碳酸氢钠含量以碳酸氢钠（ NaHCO_3 ）的质量分数 w_1 计，数值以%表示，按公式（A.1）计算：

$$w_1 = \frac{[(V_0 - V)/1000]cM}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

V_0 ——空白试验所消耗的盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——滴定试验溶液所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

M ——碳酸氢钠(NaHCO_3)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=84.01$)。

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 氢氧化钠滴定法

A.4.2.1 方法提要

试样中的碳酸氢钠与氢氧化钠反应,根据所消耗的氢氧化钠的体积数,计算碳酸氢钠含量。

A.4.2.2 试剂和材料

A.4.2.2.1 无二氧化碳的水。

A.4.2.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=1\text{ mol/L}$ 。

A.4.2.2.3 硝酸银溶液:100 g/L。

A.4.2.3 分析步骤

称取约8.4 g试样,精确至0.000 2 g,置于250 mL烧杯中,加入50 mL冷却的无二氧化碳的水溶解。用1 mol/L氢氧化钠标准滴定溶液滴定,直至取1滴试验溶液与1滴硝酸银溶液反应,在滴定板上相遇时呈深褐色为止。同时进行空白试验。

空白试验除不加试样外,其他操作及加入试剂的种类和量(标准滴定溶液除外)与测定试验相同。

A.4.2.4 结果计算

碳酸氢钠含量以碳酸氢钠(NaHCO_3)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按公式(A.2)计算:

$$w_1 = \frac{[(V - V_0)/1000]cM}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

式中:

V ——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);

V_0 ——空白试验所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——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);

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

M ——碳酸氢钠(NaHCO_3)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=84.01$)。

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 碳酸钠的测定

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=1\text{ mol/L}$ 。

A.5.1.2 溴甲酚绿-甲基红指示液。

A.5.2 分析步骤

称取约2.5 g试样,精确至0.000 2 g,置于250 mL锥形瓶中,加50 mL水使之全部溶解。滴加10滴溴甲酚绿-甲基红指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定至试验溶液由绿色变为暗红色后,煮沸2 min,冷

却至室温，用盐酸标准滴定溶液继续滴定至暗红色为终点。同时进行空白试验。

空白试验除不加试样外，其他操作及加入试剂的种类和量（标准滴定溶液除外）与测定试验相同。

A.5.3 结果计算

碳酸钠含量以碳酸钠（ Na_2CO_3 ）的质量分数 w_2 计，数值以%表示，按公式（A.3）计算：

$$w_2 = \frac{[(V - V_0)/1000]cM}{m} \times 100\% - w_1 \times 0.6309 \dots\dots\dots (\text{A.3})$$

式中：

V ——滴定试验溶液所消耗的盐酸标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 ——空白试验所消耗的盐酸标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

m ——试样质量的数值，单位为克（g）；

M ——碳酸钠（ $1/2\text{Na}_2\text{CO}_3$ ）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=53.00$ ）；

w_1 ——由 A.4 测得的碳酸氢钠（ NaHCO_3 ）的质量分数%；

0.6309——碳酸氢钠换算成碳酸钠的系数。

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 0.2%。

A.6 氯化物的测定

A.6.1 试剂和材料

A.6.1.1 95%乙醇。

A.6.1.2 硝酸溶液：1+6。

A.6.1.3 硝酸银溶液：17 g/L。

A.6.1.4 氯化物标准溶液：1mL溶液含氯（Cl）0.10 mg。

移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的氯化物标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A.6.2 分析步骤

称取 $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样，置于 50 mL 烧杯中，加入适量的水使之溶解，全部转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用移液管移取 10 mL 上述试验溶液，置于 50 mL 比色管中，加入 1 mL 95% 乙醇，3 mL 硝酸溶液和 2 mL 硝酸银溶液，用水稀释至刻度，轻轻摇匀。静置 10 min 后，于黑背景下与标准比浊溶液比对，所产生的浊度不得深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是移取 3.00 mL 氯化物标准溶液，与试样同时同样处理。

A.7 水分的测定

结果计算

水分以质量分数 w_4 计，数值以%表示，按公式（A.4）计算：

$$w_4 = 100 - w_1 - w_2 - 1.6485w_3 \dots\dots\dots (\text{A.4})$$

式中

w_1 ——A.4 所测碳酸氢钠的质量分数的数值，%；

w_2 ——A.5 所测碳酸钠的质量分数的数值，%；

w_3 ——A.6 所测氯的质量分数的数值，%；

1.6485——氯换算成氯化钠的系数。

A.8 铁的测定

A.8.1 试剂和材料

A.8.1.1 盐酸溶液：1+3。

A.8.1.2 其他试剂和材料同GB/T 3049—2006的第4章。

A.8.2 仪器和设备

分光光度计：配有4 cm比色皿。

A.8.3 分析步骤

A.8.3.1 工作曲线的绘制

按GB/T 3049—2006中6.3的规定，使用4 cm比色皿，绘制铁含量为10 μg~100 μg工作曲线。

A.8.3.2 测定

称取约2 g试样，精确至0.01 g，置于150 mL烧杯中，加入8 mL盐酸。以下按GB/T 3049—2006中6.4规定从“必要时，加水至60 mL……”开始进行操作。同时同样处理空白试验溶液。从工作曲线上查出相应的铁的质量。

A.8.4 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_5 计，数值以mg/kg表示，按公式(A.5)计算：

$$w_5 = \frac{m_1 - m_0}{m \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (A.5)$$

式中：

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

m_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铁的质量的数值，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 氢氧化钠—甘油溶液：

用移液管移取40 g/L氢氧化钠溶液15.00 mL，加入50 mL水和20 mL甘油，摇匀。(也可称3 g氢氧化钠溶于75 mL水，再加250 mL水，然后加入100 mL甘油，混合)。

A.9.1.3 硫代乙酰胺溶液：40 g/L(于棕色瓶内保存，保质期不多于7天)。

A.9.1.4 硫代乙酰胺—氢氧化钠—甘油混合溶液：

用移液管移取氢氧化钠—甘油溶液10.00 mL，置于100 mL烧杯中，缓慢加入2 mL硫代乙酰胺溶液，在50℃左右水浴上加热20秒，冷却后立即使用。

A.9.1.5 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。该溶液现用现配。

A.9.1.6 其他试剂同GB/T 5009.74—2003的第3章。

A.9.2 仪器和设备

同 GB/T 5009.74—2003 的第 4 章。

A.9.3 分析步骤

称取 $2.00\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于 100 mL 烧杯中，加 10 mL 水溶解，再加盐酸溶液中和后，调至酸性 $\text{pH}\approx 2$ (用精密试纸检验)，全部转移至 50 mL 比色管中，加入 4 mL pH 为 3.5 的乙酸盐缓冲溶液、4 mL 硫代乙酰胺-氢氧化钠-甘油混合溶液，用水稀释至刻度，摇匀。在暗处放置 5 min 后，在白色背景下观察，其色度不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液是用移液管移取 1.00 mL 铅标准溶液，置于 50 mL 比色管中，加入 10 mL 水，加 1 滴~2 滴盐酸溶液，以下从“加入 4 mL pH 为 3.5 的乙酸盐缓冲溶液”开始，与试料同时同样处理。

A.10 铅的测定

A.10.1 双硫腙比色法（仲裁法）

A.10.1.1 分析步骤

称取 $5.00\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于 100 mL 烧杯中，加适量水使试样完全溶解，置于分液漏斗中。

移取 1.00 mL 铅标准溶液，置于分液漏斗中，作为标准比对溶液，以下按 GB/T 5009.75—2003 规定进行测定。

A.10.2 原子吸收分光光度法

A.10.2.1 试剂和材料

A.10.2.1.1 盐酸。

A.10.2.1.2 三氯甲烷。

A.10.2.1.3 硝酸。

A.10.2.1.4 氢氧化钠溶液：250 g/L。

A.10.2.1.5 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵（APDC）溶液：2%。

称取 2 g 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵（APDC）溶于 100 mL 水中。如有不溶物，使用前过滤。

A.10.2.1.6 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。该溶液现用现配。

A.10.2.1.7 精密 pH 试纸： $\text{pH}0.5\sim 5.0$ 。

A.10.2.1.8 二级水：符合 GB/T 6682—2008 的规定。

A.10.2.2 仪器和设备

A.10.2.2.1 分液漏斗：250 mL。

A.10.2.2.2 原子吸收分光光度计。

A.10.2.3 分析步骤

A.10.2.3.1 铅标准测定溶液的制备及测定

准确移取 2.00 mL 铅标准溶液，置于 150 mL 烧杯中，加 30 mL 水，10 mL 盐酸，（盖上表面皿）加热至沸，并沸腾 5 min。冷却，用氢氧化钠溶液调节溶液的 pH 为 1.0~1.5，（用精密 pH 试纸检验）。将溶液移入分液漏斗中，用水稀释至约 200 mL。加入 2 mL 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵（APDC）溶液，摇匀。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 50 mL 烧杯中，（在通风橱

中)用水浴加热蒸发至干。在残余物中加入 3 mL 硝酸,加热近干。加入 0.5 mL 硝酸和 10 mL 水,加热至剩余液体体积为 3 mL~5 mL,移入 10 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。选用空气-乙炔火焰,于 283.3 nm 波长处,用水调零,测定溶液的吸光度。

A. 10.2.3.2 试样测定溶液的制备及测定

称取 $10.0 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样置于 150 mL 烧杯中,加入 30 mL 水,加入 10 mL 盐酸,(盖上表面皿)加热使试样溶解,并沸腾 5min。然后按 A.10.2.3.1 从“冷却,用氢氧化钠溶液调节溶液的 pH 为 1.0~1.5,……”开始进行操作,测其相应吸光值。

A. 10.2.4 结果判定

试样测定溶液的吸光度不得大于铅标准测定溶液的吸光度。

A. 11 砷的测定

A. 11.1 试剂和材料

A. 11.1.1 盐酸溶液: 1+3。

A. 11.1.2 砷标准溶液: 1 mL 溶液含 $1.0 \mu\text{g}$ 砷 (As)。

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. 11.1.3 其他试剂同 GB/T 5009.76—2003 的第 9 章。

A. 11.2 仪器和设备

同 GB/T 5009.76—2003 的第 10 章。

A. 11.3 分析步骤

称取 $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,置于定砷瓶中。加入 10 mL 盐酸溶液将试样溶解。

限量标准溶液的配制: 移取 1.00 mL 砷标准溶液,置于定砷瓶中,以下按 GB/T 5009.76—2003 的第 11 章规定进行测定。

A. 12 硫酸盐的测定

A. 12.1 试剂和材料

A. 12.1.1 盐酸溶液: 1+2。

A. 12.1.2 氯化钡溶液: 100 g/L。

A. 12.1.3 硫酸盐标准溶液: 1 mL 溶液含硫酸根 (SO_4^{2-}) 0.10 mg。

移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的硫酸盐标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

A. 12.2 仪器和设备

恒温水浴箱: 温度能控制在 $40^\circ\text{C} \sim 50^\circ\text{C}$ 。

A. 12.3 分析步骤

称取 $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,置于 100 mL 烧杯中,加水使之溶解,加入盐酸溶液中和至 pH 接近 7 (pH 试纸检验),并过量 5 滴,煮沸 3 min~5 min,以赶尽二氧化碳,冷却。全部转移至 50 mL 比色管中,加入 2 mL 氯化钡溶液,加水至刻度,摇匀。置于 $40^\circ\text{C} \sim 50^\circ\text{C}$ 水浴中,10 min 后比较,其浊度不得深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是移取 2.00 mL 硫酸盐标准溶液,与试料同时同样处理。

A.13 澄清度的检验

A.13.1 试剂和材料

A.13.1.1 六次甲基四胺溶液：100 g/L。

称取 $10.0\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ 预先于硅胶干燥器中干燥 24 h 的六次甲基四胺，置于烧杯中，加少量水溶解，全部转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A.13.1.2 硫酸联氨溶液：10 g/L。

称取 $1.0\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ 预先于硅胶干燥器中干燥 24 h 的硫酸联氨，置于烧杯中，加少量水溶解，全部转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A.13.1.3 标准比浊溶液：

用移液管移取 25.00 mL 六次甲基四胺溶液和 25.00 mL 硫酸联氨溶液，置于干燥的试剂瓶中，摇匀，室温下放置 24 h，制成标准比浊溶液 A。此溶液有效日期 60d。

用移液管移取 10.00 mL 标准比浊溶液 A，置于 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，制成标准比浊溶液 B。此溶液有效期 1 天。

A.13.2 分析步骤

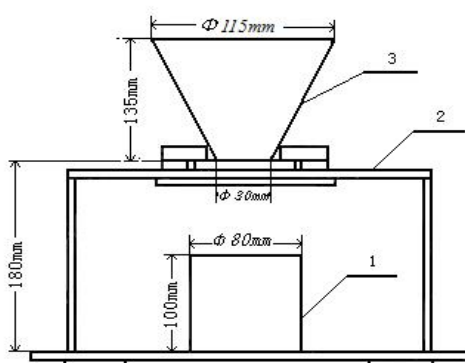
称取 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于 25 mL 比色管中。加水溶解后，用水稀释至刻度，摇匀。放置 5 min 后，与标准比浊溶液比较，对着黑色背景，从比色管上方观察，试验溶液的澄清度不得低于标准比浊溶液所示的澄清度。

标准比浊溶液是用移液管移取 5.00 mL 标准比浊液 B，置于 25 mL 比色管中，用水稀释至刻度，摇匀。

A.14 堆积密度的测定

A.14.1 仪器和设备

A.14.1.1 堆积密度的测定装置如图A.1所示。



1—料罐（500mL 或 250mL）；

2—支架；

3—漏斗。

图 A.1 堆积密度测定装置图

A.14.1.2 料罐体积的测定

将料罐洗净、晾干，盖上玻璃片，称得料罐和玻璃片的质量。小心将水倒入料罐中，近满时用滴管加水至全满，盖上玻璃片，用滤纸吸干料罐及玻璃片外部的水，玻璃片与料罐中水之间应无气泡。再称量料罐和玻璃片的质量。

料罐体积 V ，数值以毫升（mL）表示，按公式（A.6）计算：

$$V = \frac{m_1 - m_2}{\rho_{\text{水}}} \dots\dots\dots (A.6)$$

式中：

m_1 ——灌满水的料罐及玻璃片的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——未灌水的料罐及玻璃片的质量的数值，单位为克（g）；

$\rho_{\text{水}}$ ——测定温度下纯水密度的数值，单位为克每毫升（g/mL），近似为 1 g/mL。

料罐体积每年至少校准一次。

A.14.2 分析步骤

按图 A.1 安装好堆积密度测定装置。称取料罐质量，精确至 1 g。关好漏斗下底，将试样自然倒满，用直尺刮去高出部分，放好已知质量的料罐，打开漏斗下底，使试料全部自动流入料罐中，用直尺刮去高出部分（刮平前勿移动料罐），称量试料和料罐的质量，精确至 1 g。

A.14.3 结果计算

堆积密度以单位体积的质量 ρ 计，数值以克每毫升（g/mL）表示，按公式（A.7）计算：

$$\rho = \frac{m_1 - m_2}{V} \dots\dots\dots (A.7)$$

式中：

m_1 ——料罐和试料的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——料罐的质量的数值，单位为克（g）；

V ——料罐的体积的数值，单位为毫升（mL）。

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 g/mL。

