附件1

**酸式焦磷酸钙等3种食品添加剂新品种**

一、酸式焦磷酸钙

英文名称：calcium acid pyrophosphate

功能：膨松剂

（一）用量及使用范围

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 食品分类号 | 食品名称 | 使用量（g/kg) | 备 注 |
| 07.0 | 焙烤食品 | 0.57 | 以磷计 |

（二） 质量规格要求

1.生产工艺

以氧化钙、氢氧化钙及磷酸为原料反应制得的食品添加剂酸式焦磷酸钙。

2.技术要求

2.1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 | 取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中，观察其色泽和状态 |
| 状态 | 粉末 |

2.2技术要求：应符合表2的规定。

表2  理化指标

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 项目 | 指标 | 检验方法 |
| 酸式焦磷酸钙含量，*w/*% | 95.0~100.5 | 附录A 中A.4 |
| 灼烧减量，*w/*%        ≤ | 10.0 | 附录A 中A.5 |
| 总砷(以As计)/(mg/kg)   ≤ | 3 | GB/T 5009.76 |
| 铅(Pb)/(mg/kg)          ≤ | 2 | GB/T 5009.75 |
| 氟(F)/(mg/kg)           ≤ | 50 | GB/T 5009.18 第三法 |

附 录 A

检验方法

A.1  安全警示

试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和防护措施。

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中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、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的规定制备。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时，均指水溶液。

A.3鉴别试验

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 硝酸溶液：1+9。

A.3.1.2 喹钼柠酮溶液。

A.3.1.3 草酸铵溶液：33 g/L。

A.3.2 分析方法

A.3.2.1 焦磷酸根的鉴别

A.3.2.1.1 试样溶液：将0.1 g试样溶于100 mL硝酸溶液中。

A.3.2.1.2 试验溶液A：于30 mL喹钼柠酮溶液中滴入0.5 mL试样溶液。

A.3.2.1.3 试验溶液B：将剩余的试样溶液于95 ℃加热10 min，取0.5 mL此溶液滴入30 mL喹钼柠酮溶液中。

A.3.2.1.4 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.3.2.2 钙离子的鉴别

    称取约0.1 g试样，加20 mL水摇匀后过滤，滤液中加5 mL草酸铵溶液，产生白色沉淀。

A.4 酸式焦磷酸钙含量的测定

A.4.1 方法提要

    利用酸式焦磷酸钙不溶于水，但是溶于稀盐酸的特质。将其溶于稀盐酸中，与草酸铵反应生成沉淀，过滤、冲洗、滴定，通过计算得出酸式焦磷酸钙的含量。

A.4.2 试剂

A.4.2.1 甲基橙指示液。

A.4.2.2 高锰酸钾标准滴定溶液：0.1 mol/L。

A.4.2.3 甲基红指示液。

A.4.2.4 草酸铵溶液。

A.4.2.5 6N氢氧化铵：200 mL浓氨水（浓氨水的配制：取3.5 g草酸铵，用水稀释至100 mL）（比重0.9）加水稀释至500 mL；

A.4.2.6 洗涤溶液：用水稀释10 mL草酸铵溶液至1000 mL。

A.4.2.7 硫酸溶液：按照硫酸和水1：6（体积比）的比例配制至1000 mL硫酸溶液。

A.4.2.8 盐酸溶液：取222.3 mL盐酸（比重1.19）加水稀释至1000 mL即得2.7 mol/L的盐酸溶液。

A.4.3 仪器

4号玻璃砂芯坩埚漏斗

A.4.4 分析步骤

A.4.4.1 测定

准确称取300 mg样品，溶于10 mL盐酸溶液中。加入120 mL水和几滴甲基橙指示液，煮沸30 min。煮沸过程中，如有必要可加盐酸溶液或水以保持溶液的pH和体积不变。加2滴甲基红指示液和30 mL草酸铵溶液。然后在不断搅拌下，滴加混合溶液（由等体积的6N氢氧化铵和水的混合溶液），直到指示剂的粉红色刚好消失。在汽浴中蒸煮30 min，冷却到室温，让沉淀沉降，通过4号玻璃砂芯坩埚漏斗，用温和的抽真空力对上清液进行过滤。用30 mL冷（低于20 ℃）洗涤溶液洗涤烧杯中的沉淀。让沉淀沉降，上层液体经过过滤器过滤。过滤重复清洗三次或者更多次数。用洗涤溶液将沉淀尽可能全部地转移到过滤器中。最后，用二份10 mL冷（低于20℃）水清洗烧杯和过滤器。把4号玻璃砂芯坩埚漏斗放在烧杯中，加10 mL水和50 mL冷硫酸溶液。用滴定管加入20 mL~35 mL高锰酸钾标准滴定溶液，视含量多少而定，搅拌到颜色消失。加热到约70 ℃，继续用高锰酸钾标准滴定溶液进行滴定，至微红色为终点。

A.4.4.2 结果计算

每毫升0.1 mol/L高锰酸钾标准滴定溶液相当于5.40 mg酸式焦磷酸钙。

A.4.4.3 计算公式：

http://192.168.10.14:3333/ewebeditor/uploadfile/2013/06/20130621165655107001.gif

*X*——酸式焦磷酸钙含量，质量分数；

*V*——高锰酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*C*——高锰酸钾标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*m*——试样质量，单位为克（g）；

*X*1——试验水分（%）。

A.5 灼烧减量的测定

A.5.1 仪器

坩埚式电阻炉

A.5.2 分析步骤

    准确称量1 g~2 g样品，精确至0.000 2 g，混合均匀。如果样品为结晶形式，需要将其压成很细的粉末。将样品置于灼烧至恒重的瓷坩埚上，在750 ℃~800 ℃下灼烧2 h至恒重。

A.5.3 结果计算

    灼烧减量的质量分数*w*2，按公式（A.2）计算：

http://192.168.10.14:3333/ewebeditor/uploadfile/2013/06/20130621165655664002.gif

式中：

*m*1——瓷坩埚和试样的质量，单位为克（g）；

*m*2——瓷坩埚和灼烧后试样的质量，单位为克（g）；

*m*——试样的质量，单位为克（g）。

   取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对值差不大于0.2 %。

二、甲醇钠

英文名称：sodium methylate

功能：加工助剂

（一）使用范围

油脂加工工艺

（二）质量规格要求

1.生产工艺

以甲醇与金属钠或氢氧化钠为原料，反应制得的食品添加剂甲醇钠。

2.技术要求

2.1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 | 自然光线下，观察其色泽及状态 |
| 状态 | 粉末 |

2.2技术要求：应符合表2的规定。

表2  理化指标

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 项目 | 指标 | 检验方法 |
| 碱度（以CH3ONa计），*w/*%   ≥ | 97.0 | 附录A 中A.5.1 |
| 碳酸钠，*w/*%                ≤ | 0.4 | 附录A 中A.5.2 |
| 氢氧化钠，*w/*%≤ | 1.7 | 附录A 中A.5.3 |
| 铅(Pb)/(mg/kg)              ≤ | 5 | GB/T 5009.75 |
| 总砷(以As计)/(mg/kg)       ≤ | 3 | GB/T 5009.76 |
| 总汞(Hg)/(mg/kg)           ≤ | 1 | GB/T 5009.17 |

附 录 A

检验方法

A.1  安全警示

甲醇钠及其溶液具腐蚀性及易燃性。避免与眼睛、皮肤、衣物接触，避免吸入甲醇钠溶液的挥发气体。

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中规定的三级水。

试验中所需标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按GB/T601、GB/T602、GB/T603之规定制备。

A.3  试剂和材料

A.3.1 焦锑酸钾溶液：2 g焦锑酸钾溶解于95 mL的热水中。迅速冷却，并加入50 mL含有2.5 g氢氧化钾的溶液和1 mL 8.5:100氢氧化钠溶液。静置24 h，用水稀释至150 mL。

A.3.2 氯化钡溶液：12 g氯化钡（BaCl2·2·H2O）溶解于水中，并定容至100 mL。

A.3.3 甲基橙指示液：100 mg甲基橙溶解于100 mL水中，如有必要，可进行过滤。

A.3.4 盐酸标准滴定溶液：*c*(HCl)=1 mol/L

A.4  鉴别试验

A.4.1  反应活性

将样品暴露于氧气、二氧化碳和水中，每种条件下样品均分解。

A.4.2  钠的鉴别

0.1 g样品溶解于2 mL的水中。加入2 mL 15%的碳酸钾溶液，并加热至沸腾。无沉淀生成。加入4 mL的焦锑酸钾溶液，并加热至沸。在冰水中冷却，若有需要，可用玻璃棒刮试管内表面。此时，产生致密的沉淀物。

A.5  碱度、碳酸钠、氢氧化钠的测定

A.5.1 碱度的测定

迅速、准确称量约14 g样品，溶解于事先加入了200 mL新鲜已煮沸的冰冻水的500 mL锥形瓶中，立即用橡胶塞塞紧瓶口，振荡至样品溶解。放至室温，用新鲜已煮沸的室温水将上述溶液洗至250 mL的容量瓶中，定容混匀。

移取50.0 mL的定容溶液至500 mL带玻璃塞锥形瓶中，加入150 mL新鲜已煮沸的室温水和5 mL的氯化钡溶液。塞紧瓶塞，摇匀并静置5 min。加入3滴酚酞指示液并用盐酸标准滴定溶液滴定至粉红色消失（保留滴定后溶液用于碳酸钠测定）。按公式（A.1）计算样品碱度（以CH3ONa计）（*A*）：

*A* (%) = （*V*1×*c*×5.403）/（*m*×0.2)  ………………………（A.1）

式中：

*V*1——盐酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*c*——盐酸标准滴定溶液的准确浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*m*——试样质量，单位为克（g）。

A.5.2 碳酸钠的测定

加入2滴甲基橙指示液至碱度测定中保留的滴定后溶液中，并用盐酸标准滴定溶液滴定至稳定的粉红色。按公式（A.2）计算碳酸钠含量（*B*）：

*B* (%) = （*V*2×*c*×5.30）/（*m*×0.2）  ………………………（A.2）

式中：

*V*2——本次滴定中使用的盐酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*c*——盐酸标准滴定溶液的准确浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*m*——试样质量，单位为克（g）。

A.5.3 氢氧化钠的测定

迅速、准确地用卡尔费休滴定瓶称量约0.5 g样品，立即用10 mL饱和水杨酸甲醇溶液溶解，盖紧盖子，冷却并使用间接滴定法进行水分测量（卡尔费休法）。 用同样的方法使用10 mL饱和水杨酸甲醇溶液进行空白试验，按公式（A.3）计算氢氧化钠和碳酸钠总含量（*C*）（以氢氧化钠计）：

*C* (%) = （*a* - *b*）× *f* × 2.222 / （*m* × 1000）×100………………………（A.3）

式中：

*a* —— 滴定试样消耗卡尔费休溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*b*—— 空白试验消耗卡尔费休溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*f* —— 1 mL卡尔费休溶液对应水的质量，单位为毫克（mg）；

*m*—— 试样质量，单位为克（g）。

按公式（A.4）计算氢氧化钠的含量（*D*）：

*D*(%) ＝ *C*-（*B*×0.377）………………………（A.4）

三、柠檬酸锌（三水）

英文名称：zinc citrate trihydrate

功能：食品营养强化剂

（一）用量及使用范围

按照GB 14880-2012食品营养强化剂使用标准规定锌的用量及使用范围。

（二）质量规格要求    

1.生产工艺

　　本品是以柠檬酸和氧化锌为原料经过化学合成柠檬酸锌（三水）。

2.技术要求

2.1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 | 取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，观察其色泽和组织状态，嗅其气味 |
| 气味 | 无臭 |
| 组织状态 | 结晶或结晶性粉末 |

2.2技术要求：应符合表2的规定。

表2  理化指标

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 项目 | | 指标 | 检验方法 |
| 柠檬酸锌（三水）含量[以Zn3（C6H5O7）2·3H2O计] ，*w/*% | | 99.0~103.0 | 附录A中A.4 |
| 溶解度/（g/100mL H2O，25℃） | ≥ | 3.60 | 附录A中A.3 |
| 盐酸不溶物，*w/*% | ≤ | 0.1 | 附录A中A.5 |
| 干燥减量，*w/*% | ≤ | 1.0 | 附录A中A.6 |
| 重金属（以Pb计）/(mg/kg) | ≤ | 20 | GB/T 5009.74 |
| 铁（Fe）/(mg/kg) | ≤ | 50 | GB/T 5009.90 |
| 总砷(以As计) /(mg/kg) | ≤ | 3 | GB/T 5009.76 |
| 铅（Pb）/(mg/kg) | ≤ | 5 | GB/T 5009.75 |
| 溶液澄清度 | | 合格 | 附录A中A.7 |

附  录 A

检验方法

A.1 安全警示

本标准试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，按相关规定操作，操作时需小心谨慎。若溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。在使用挥发性酸时，要在通风橱中进行。

A.2  一般规定

    本标准所用试剂除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和GB/T6682-2008中规定的三级水。

    试验方法中所需标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按GB/T601、GB/T602、GB/T603之规定制备。

A.3  鉴别试验

A.3.1 物理性状

    白色粉末，无臭无味，微溶于水，能溶于稀矿酸及氢氧化碱。

A.3.2 溶解度的测定

    在25 ℃100 mL水中，加入4 g试样，电动搅拌30 min，若有沉淀，则用恒重的石英砂芯漏斗，真空泵抽滤后，用10 mL水冲洗2次沉淀，过滤，沉淀物在105 ℃烘箱内干燥2 h，冷却称量。4 g减去沉淀物质量后为*w*，则溶解度为25℃  
*w* g/100mL。

A.4 柠檬酸锌（三水）含量的测定

A.4.1试剂和溶液

A.4.1.1  3 mol/L 盐酸溶液。

A.4.1.2  1 mol/L氢氧化钠溶液：准确称取4 g氢氧化钠，溶于水，稀释至100 mL。

A.4.1.3  氨-氯化铵缓冲液：PH=10

A.4.1.4  乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液：[*c*（EDTA）]=0.05 mol/L 。

A.4.1.5  铬黑T指示剂：称取10 g预先在105 ℃～110 ℃下烘干2 h的氯化钠，置于研钵内研细，加入0.1 g铬黑T，研细，混匀。

A.4.2  分析步骤

    准确称取200 mg～205 mg试样精确至0.000 1 g，在110 ℃干燥箱内烘0.5 h，加水10 mL，用3 mol/L 盐酸溶液至溶解（约2 mL）后，加水稀释至约100 mL，加氢氧化钠溶液10 mL，氨-氯化铵缓冲液（PH=10）10 mL，摇匀。调节pH约等于10，加入铬黑T指示剂约0.1 g，用乙二胺四乙酸二钠标准溶液滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色为终点。

A.4.3  结果计算

    柠檬酸锌（三水）含量*X*以[Zn3(C6H5O7)2•3H2O]（%）计，按公式(A.1)计算：

http://192.168.10.14:3333/ewebeditor/uploadfile/2013/06/20130621165655353003.gif…………………………(A.1)

    式中：

*v*——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*F*——乙二胺四乙酸二钠标准溶液实际浓度与0.05的比值；

*m*——试样的质量，g；

10.472——每消耗1 mL 0.05 mol/L 的乙二胺四乙酸盐相当于10.472 mg的柠檬酸锌（三水）[Zn3(C6H5O7)2•3H2O]。

A.5盐酸不溶物的测定

    称取5 g 试样，精确至0.001 g，加6 mol/L 盐酸溶液10 mL 和水50 mL，在磁力加热搅拌下30 min，将所得溶液用洗净的105 ℃烘2 h并冷却称重的3号石英沙芯漏斗、真空泵抽滤，用200 mL水冲洗5次过滤、洗涤，沉淀物在105 ℃烘箱内干燥2 h，冷却称重，残留物质量不得超过5 mg。

A.6 干燥失重的测定

    用已恒重的称量瓶称取试样2g，称准至0.000 2g，置于恒温干燥箱中，在105℃烘至恒重。

干燥失重的百分含量(X2)按式计算：*X*2=*m*1-*m*2/*m*×100%

式中： *X*2——干燥失重的百分含量；

*m*1——烘干前称量瓶和试样的质量，单位为克（g）；

*m*2 ——烘干后称量瓶和试样的质量，单位为克（g）；

*m*——试样的质量，单位为克（g）。

A.7溶液澄清度的测定

    按《中华人民共和国药典》2010年版二部附录Ⅸ B《澄清度检查法》进行测定。