

附件 1

焦磷酸一氢三钠等 5 种食品添加剂新品种

一、焦磷酸一氢三钠

英文名称：Trisodium monohydrogen diphosphate

功能：水分保持剂

（一）使用范围和使用量

食品分类号	食品名称	使用量（g/Kg）	备注
08.02	预制肉制品	5.0	可单独或混合使用，最大使用量以磷酸根（ PO_4^{3-} ）计
08.03	熟肉制品		
09.02.01	冷冻制品		
09.02.03	冷冻鱼糜制品（包括鱼丸等）		

（二）质量规格要求

1. 生产工艺

以焦磷酸二氢二钠和氢氧化钠为原料反应后制得焦磷酸一氢三钠。

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	取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘上，观察其色泽和状态
状态	粉末或结晶	

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
	无水型 ($\text{Na}_3\text{HP}_2\text{O}_7$)	一水型 ($\text{Na}_3\text{HP}_2\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$)	
焦磷酸一氢三钠含量，w/%	≤ 96.0	96.0	附录 A 中 A.4
总磷酸盐（以 P_2O_5 计），w/%	≤ 57.0~59.0	53.0~55.0	GB/T 23843-2009
干燥减量，w/%	≤ 0.5	1.0	附录 A 中 A.11
灼烧减量，w/%	≤ 4.5	11.5	附录 A 中 A.12
正磷酸盐	通过试验		附录 A 中 A.5
pH（10g/L 溶液）	6.7~7.5		附录 A 中 A.6
水不溶物，w/%	≤ 0.2		附录 A 中 A.7
砷（以As计）/（mg/kg）	≤ 3		附录 A 中 A.8
重金属（以Pb 计）/（mg/kg）	≤ 10		附录 A 中 A.9
铅（Pb）/（mg/kg）	≤ 4		GB/T 5009.75
氟化物（以F计）/（mg/kg）	≤ 10		附录 A 中 A.10

附录 A

检验方法

A.1 安全警示

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、杂质标准液、制剂及制品，在没有注明其他规定时，均按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603之规定制备。所用溶液在未指明溶剂时，均指水溶液。

A.3 鉴别试验

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 盐酸。

A.3.1.2 硝酸溶液：1+1。

A.3.1.3 喹钼柠酮溶液。

A.3.2 分析步骤

A.3.2.1 钠离子鉴别

称取1g 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，火焰应呈亮黄色。

A.3.2.2 焦磷酸根离子鉴别

将 0.1g 试样溶于 100mL 硝酸溶液中。向 30mL 喹钼柠酮溶液中滴入 0.5mL 试样溶液，不产生黄色沉淀；另取 0.5mL 此溶液于 95℃水浴中加热 10min，滴入 30mL 喹钼柠酮溶液，立即形成黄色沉淀。

A.4 焦磷酸一氢三钠含量的测定

A.4.1 方法提要

焦磷酸一氢三钠与盐酸反应生成焦磷酸二氢二钠，向溶液中加入硫酸锌，定量生成焦磷酸锌沉淀和硫酸，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定生成的硫酸，再根据氢氧化钠标准滴定溶液的消耗量计算出焦磷酸一氢三钠的含量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 盐酸溶液：1+20。

A.4.2.2 硫酸锌溶液：125 g/L；

将 125 g 硫酸锌（ $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ）溶解于水，用水稀释至1 L，在 pH计上，根据显示的pH，用硫酸溶液（1+500）或氢氧化钠溶液（6 g/L）将pH调至 3.8。

A.4.2.3 无水焦磷酸钠；

A.4.2.3.1 以工业无水焦磷酸钠为原料的制备方法：

第一次结晶：称取 30 g 工业无水焦磷酸钠，置于 400 mL 烧杯中，加 100 mL 水，加热溶解，用中速定量滤纸过滤。将滤液在冷水浴中冷却，析出结晶，倾出溶液，用少量水洗涤结晶两次。

第二次结晶：将第一次结晶用少量水加热溶解，在冷水浴中冷却，析出结晶，倾出溶液。

第三次结晶：将第二次结晶按第二次结晶方法再结晶一次。

A. 4. 2. 3. 2 以试剂十水合焦磷酸钠为原料的制备方法：

称取 80 g 试剂十水合焦磷酸钠，按 A.4.2.3.1 项中第一次和第二次结晶方法操作。

将上述方法重结晶的焦磷酸钠置于瓷坩埚中，于 400℃ 下灼烧至质量恒定。

A. 4. 2. 4 氢氧化钠标准滴定溶液：c(NaOH) = 0.1 mol/L；

称取约 0.5 g 无水焦磷酸钠 (A.4.2.3)，精确至 0.000 2 g，置于 250 mL 烧杯中，加 90 mL 水溶解，在搅拌下加入盐酸溶液调至溶液 pH 为 3.8。加入 50 mL 硫酸锌溶液，搅拌 5 min，在搅拌下用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液的 pH 接近 3.6 停止滴定，搅拌 2 min 使溶液达到平衡，继续滴定至 pH 为 3.8，此时每加一滴后要搅拌 30 s。

每毫升 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液相当于焦磷酸钠的质量 (ρ) 以克每毫升 (g/mL) 表示，按公式 (A.1) 计算：

$$\rho = \frac{m_1}{V_1} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

m_1 ——无水焦磷酸钠的质量的数值，单位为克 (g) ；

V_1 ——在标定中消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL) 。

A. 4. 3 仪器和设备

A. 4. 3. 1 电位滴定仪或 pH 计：分度值不大于 0.02mV。

A. 4. 3. 2 电磁搅拌器。

A. 4. 4 分析步骤

称取约 5 g 试样，精确至 0.000 2 g，将试样溶于水，转移至 500 mL 容量瓶中，稀释至刻度并摇匀，必要时过滤。

用移液管移取 50 mL 试验溶液置于 250 mL 烧杯中，加 40 mL 水，在搅拌下慢慢加入盐酸溶液调至溶液 pH 为 3.8，然后按 A.4.2.4 中所述步骤，从“加入 50 mL 硫酸锌溶液……”开始进行测定。

A. 4. 5 结果计算

无水焦磷酸一氢三钠含量以焦磷酸一氢三钠 ($\text{Na}_3\text{HP}_2\text{O}_7$) 的质量分数 w_1 计，按公式 (A.2) 计算：

$$w_1 = \frac{\rho V_2 \times 0.917}{m \times (50/500)} \times 100\% \dots\dots\dots (A.2)$$

一水合焦磷酸一氢三钠含量以一水合焦磷酸一氢三钠 ($\text{Na}_3\text{HP}_2\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 的质量分数 w_2 计，按公式 (A.3) 计算：

$$w_2 = \frac{\rho V_2 \times 0.985}{m \times (50/500)} \times 100\% \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

ρ ——每毫升氢氧化钠标准滴定溶液相当于无水焦磷酸钠的质量，单位为克每毫升 (g/mL) ；

V_2 ——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) ；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

0.917——将无水焦磷酸钠换算为无水焦磷酸一氢三钠的系数；

0.985——将无水焦磷酸钠换算为一水合焦磷酸一氢三钠的系数；

50/500——换算因子。

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. 5 正磷酸盐的测定

A. 5. 1 试剂和材料

硝酸银溶液：17 g/L。

A. 5. 2 分析步骤

称取1.0g 研成粉末的试样，加2滴~3滴硝酸银溶液，不得产生明显的黄色。

A. 6 pH 值的测定

A. 6. 1 仪器和设备

pH 计：分度值为0.02。

A. 6. 2 分析步骤

称取1.0g±0.01g 试样，置于150mL 烧杯中，加100mL 水溶解，用已校正过的pH 计进行测定。

A. 7 水不溶物的测定

A. 7. 1 仪器和设备

A. 7. 1. 1 玻璃砂坩埚：滤板孔径 5 μm-15 μm。

A. 7. 1. 2 电烘箱：控制温度 105℃±2℃。

A. 7. 2 分析步骤

称取20g样品，精确至0.01g，置于400ml烧杯中，加200mL水并加热溶解，趁热用已于105℃±2℃下干燥至恒重的玻璃砂坩埚过滤，用热水洗涤10次（每次用水20mL），在105℃±2℃下干燥至恒重。

A.7.3 结果计算

水不溶物的质量分数 w_3 ，按公式（A.4）计算：

$$w_3 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.4)$$

式中：

m_0 ——玻璃砂坩埚质量的数值，单位为克(g)；

m_1 ——水不溶物及玻璃砂坩埚质量的数值，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0.02%。

A. 8 砷（以 As 计）的测定

A. 8. 1 试剂和材料

同GB/T 5009.76—2003第3章或第9章。

A. 8. 2 仪器和设备

同GB/T 5009.76—2003第4章或第10章

A. 8. 3 分析步骤

称取1.00g±0.01g 试样，置于锥形瓶中，用水润湿，用盐酸中和至中性（用pH 试纸检验），再过量5mL，摇匀。用移液管移取3mL 砷标准溶液[1mL 溶液含砷（As）1.0μg]作为

标准，置于另一只锥形瓶中。各加入5mL 盐酸溶液（1+3）。然后按照GB/T 5009.76—2003 中 6.2 或第11 章进行测定。

二乙氨基二硫代甲酸银比色法为仲裁法。

A. 9 重金属（以 Pb 计）的测定

A. 9.1 试剂和材料

同GB/T 5009.74第3章。

A. 9.2 仪器和设备

同GB/T 5009.74第4章

A. 9.3 分析步骤

称取(1.00±0.01)g试样，置于250mL烧杯中，加20mL水和1mL盐酸煮沸15min，冷却至室温，全部移入50mL比色管中，备用。

标准比色溶液的配制：于250mL烧杯中，加20mL水和1mL盐酸煮沸15min，冷却至室温，全部移入50mL比色管中，用移液管移取1mL铅标准溶液（1mL 溶液含铅（Pb）0.010mg），备用。

然后按GB/T 5009.74中第6章的规定进行操作。

A. 10 氟化物（以 F 计）的测定

A. 10.1 试剂和材料

同GB/T 5009.18—2003 第11 章。

A. 10.2 仪器和设备

同GB/T 5009.18—2003 第12 章。

A. 10.3 分析步骤

A. 10.3.1 称取约 1g 试样，精确至 0.0002g，置于 50mL 烧杯中，加少量水，再加 10 mL 盐酸溶液，煮沸 1min，快速冷却后，将其转移至 50 mL 容量瓶中，加 25 mL 总离子强度缓冲剂，加水至刻度，摇匀，备用。

A. 10.3.2 分别移取 0、1.0、2.0、5.0、10.0mL 氟化物标准溶液，置于 50 mL 容量瓶中，加 10mL 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. 10.3.3 将氟电极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，杯中放有磁性搅拌子，在电磁搅拌器上以恒速搅拌，读取平衡电位值，更换 2 次~3 次水后，直至达到电极说明书中规定的电位值后，即可进行试样溶液和标准溶液的电位测定。

A. 10.3.4 由低至高浓度分别测定氟标准工作溶液的平衡电位。以电极电位为纵坐标，氟的质量（mg）为横坐标，在半对数坐标上绘制工作曲线。

a) 同法测定试验溶液的平衡电位，从工作曲线上查出试样中氟的质量。

A. 10.4 结果计算

氟化物含量以氟（F）的质量分数 w_4 计，数值以mg/kg 表示，按公式(A.5)计算：

$$w_4 = \frac{m_1}{m \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (A.5)$$

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 1mg/kg。

A. 11 干燥减量的测定

A. 11.1 仪器和设备

A. 11. 1. 1 电热恒温干燥箱：控制温度 105 ℃±2 ℃。

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105 ℃±2 ℃下质量恒定的瓷坩埚中，于105 ℃±2 ℃下烘4 h，于干燥器中冷却至室温，称量。

A. 11. 3 结果计算

干燥减量以质量分数 w_5 计，按公式（A.6）计算：

$$w_5 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.6)$$

式中：

m_1 ——干燥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：无水焦磷酸一氢三钠不大于0.05%；一水合焦磷酸一氢三钠不大于0.2%。

A. 12 灼烧减量的测定

A. 12. 1 仪器和设备

A. 12. 1. 1 电热恒温干燥箱：控制温度 110 ℃±2 ℃。

A. 12. 1. 2 高温炉：能控制温度 800 ℃±25 ℃。

A. 12. 1. 3 瓷坩埚。

A. 12. 2 分析步骤

称取约5 g试样，精确至0.01 g，置于在800 ℃±25 ℃下质量恒定的瓷坩埚中，于110 ℃±2 ℃下烘4 h，再移入800 ℃±25 ℃的高温炉中灼烧30 min，于干燥器中冷却至室温，称量。

A. 12. 3 结果计算

灼烧减量以质量分数 w_6 计，按公式（A.7）计算：

$$w_6 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.7)$$

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：无水焦磷酸一氢三钠不大于0.05%；一水合焦磷酸一氢三钠不大于0.2%。

二、氧化亚氮

英文名称：Nitrous oxide

功能：食品用加工助剂

（一）使用范围和使用量

食品分类号	食品名称/分类	最大使用量
02. 02	水油状脂肪乳化制品（仅限植脂乳）	按生产需要适量使用
02. 03	02. 02 类以外的脂肪乳化制品，包括混合的和/或调味的脂肪乳化制品（仅限植脂奶油）	按生产需要适量使用

（二）质量规格要求

1. 生产工艺

以硝酸铵为原料，经化学分解得到的食品添加剂氧化亚氮。

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	无色	用透明取样瓶取样后，观察色泽
状态	气态，高压下为液态	

2.2 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
氧化亚氮含量, w/% ≥	99.0	附录 A中A. 4
水分(g/m³) ≤	0.15	附录 A中A. 5
一氧化碳/(mg/kg) ≤	10	附录 A中A. 6
二氧化碳/(mg/kg) ≤	300	附录 A中A. 6
卤素/(mg/kg) ≤	1	附录 A中A. 7
氨/(mg/kg) ≤	25	附录 A中A. 8
空气(氮气及氧气) (78%N ₂ , 22%O ₂) , w/% <	1	附录 A中A. 6
一氧化氮/(mg/kg) ≤	1	附录 A中A. 9
二氧化氮/(mg/kg) ≤	3	附录 A中A. 9

附录 A

检验方法

A.1 安全提示

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。

测定氧化亚氮中的杂质含量时，应有氧化亚氮尾气处理措施。

A.2 一般规定

分析前，应先将钢瓶或蓄气筒在23℃~27℃放置6 h以上。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/T 6682—2008 中规定的三级水。

A.3 鉴别试验

A.3.1 方法原理

氧化亚氮可以使炽红的木条发火燃烧，而与一氧化氮混合后不发生红色烟雾。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 氧化亚氮

A.3.2.2 木条

A.3.3 分析步骤

A.3.3.1 取炽红的木条放置在氧化亚氮中，木条能够燃烧。

A.3.3.2 取本品与等容的一氧化氮（取亚硝酸钠5g与碘化钾2.5g置试管中加水15mL使溶解，再滴加硫酸溶液（1→3）即产生一氧化氮）混合，不发生红色烟雾（与氧的区别）。

A.3.3.3 同时满足（1）和（2）的条件，即可鉴别为氧化亚氮。

A.4 氧化亚氮含量的测定

A.4.1 方法原理

在气体总的重量中减去杂质的重量即为氧化亚氮的含量。

A.4.2 结果计算

氧化亚氮的含量按下式计算：

$$\psi = 100 - (\psi_1 + \psi_2 + \psi_3 + \psi_4 + \psi_5 + \psi_6 + \psi_7 + \psi_8) / 10^{-6} \times 100$$

式中：

ψ ——氧化亚氮含量, w%

ψ_1 ——氮含量, mg/Kg

ψ_2 ——一氧化碳含量, mg/Kg

ψ_3 ——二氧化碳含量, mg/Kg

ψ_4 ——空气含量, mg/Kg

ψ_5 ——一氧化氮含量, mg/Kg

ψ_6 ——二氧化氮含量, mg/Kg

ψ_7 ——水含量, mg/Kg

ψ_8 ——卤素含量, mg/Kg

10^{-6} ——换算因子

即氧化亚氮样品中减去杂质的含量，即为样品中氧化亚氮的含量。

A. 5 水分的测定

A. 5.1 试剂及材料

氧化亚氮

A. 5.2 仪器和设备

气体水份仪：检测限的体积分数：35ppb，测量范围：0-20ppm

A. 5.3 分析步骤

开启气体水分分析仪，稳定30分钟。用气体抽样管从样品袋中抽取50~100mL气体，注入样品室中。开启样品测试按钮，直接读数即可。样品需重复测定三次以上，取平均值。

A. 6 一氧化碳、二氧化碳及空气(氮气及氧气)的测定

A. 6.1 试剂及材料

A. 6.1.1 氧化亚氮

A. 6.1.2 色谱载气：高纯度氮气

A. 6.2 仪器和设备

气相色谱分析仪：（氢放电离子化检测器）型测定氧化亚氮中的一氧化碳、二氧化碳、氮气及氧气。

A. 6.3 色谱条件：

色谱柱：长约1.5m, 内径4mm的不锈钢管，内装粒径为0.25mm-0.4mm的5A分子筛，或其他等效色谱柱。

载气流量(He, >99.9995%) : 100Psi

检测器温度 : 45℃

柱箱温度 : 50℃

吹扫气流量 : 100Psi

电源电压: 525V

纯化气温度(He, >99.9995%) : 300℃ ~ 400℃

A. 6.4 分析步骤

A. 6.4.1 确定气相色谱分析仪所有调试完成，如不正确则须重新调整。

A. 6.4.2 将待分析的钢瓶接至取样的调压器上，先以样品气体来吹净调压器及样品池。

A. 6.4.3 分析前按照 A. 6.3 色谱条件设定仪器操作条件。

A. 6.4.4 开启应用色谱文件设定系统完成文件设定后，进行采样分析。

A. 6.4.5 分析过程中可应用色谱文件设定系统任务栏中的 $\int dx$ 指令积分出各个成分的浓度

A. 6.4.6 将分析所得浓度纪录于分析纪录表即可。

A. 7 卤素的测定

A. 7.1 仪器和设备

卤素检测管：卤素（氯气）检测管，测量范围的体积分数 $(0-10) \times 10^{-6}$ 。

A. 7.2 分析步骤

用气体抽样管从样品袋中抽取50~100mL气体，将氧化亚氮气体注入检测管并开始计量。卤素遇到检测管内的化学物质即会变色，卤素含量越高，检测管中颜色变化显示的长度就越长。根据检测管颜色变化的长度，读出卤素的含量。

A. 8 氨的测定

A. 8.1 试剂及材料

氧化亚氮

A. 8. 2仪器和设备

氨检测管（装填有溴酚蓝显色剂的检测管）

A. 8. 3分析步骤

用气体抽样管从样品袋中抽取50~100mL气体，将氧化亚氮气体注入检测管并开始计量。氨遇到检测管内的溴酚蓝即会变色，氨含量越高，检测管中颜色变化显示的长度就越长。根据检测管颜色变化的长度，读出氨的含量。

A. 9一氧化氮、二氧化氮的测定

A. 9. 1仪器和设备

氮氧化物检测管（装填有临联（二）茴香胺显色剂的检测管）

A. 9. 2分析步骤

用气体抽样管从样品袋中抽取50~100mL气体，将氧化亚氮气体注入检测管并开始计量。氮氧化物遇到检测管内的临联（二）茴香胺即会变色，含量越高，检测管中颜色变化显示的长度就越长。根据检测管颜色变化的长度，读出氮氧化物的含量。

三、乳糖酶

英文名称：Lactase

功能：其他

（一）使用范围和使用量

食品分类号	食品名称	最大使用量（g/kg）	备 注
01.01.03	调制乳	按生产需要适量使用	
01.02.02	风味发酵乳		
01.03.02	调制乳粉和调制奶油粉（包括调制乳粉和调制奶油粉等）		
01.04.02	调制炼乳（包括甜炼乳、调味甜炼乳及其他使用了非乳原料的调制炼乳等）		
01.05	稀奶油（又名淡奶油）及 其类似品		

（二）质量规格要求

1.生产工艺

以乳克鲁维酵母（*Kluyveromyces lactis*）生产菌在严格控制条件下进行液体深层发酵、提取、复配等工艺制备而成的乳糖酶。

2.技术要求应符合《食品安全国家标准 食品工业用酶制剂》（GB25594-2010）的规定。

四、柠檬酸钙(三水)

英文名称：Calcium Citrate (Trihydrated)

功能：营养强化剂

（一）使用范围和使用量

柠檬酸钙（三水）作为钙源，按照 GB14880 的规定执行。

（二）质量规格要求

1. 生产工艺

以柠檬酸和碳酸钙为原料经过化学合成制得的柠檬酸钙（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	取适量试样置于清洁、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	
状态	结晶或结晶性粉末	

2.2 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
柠檬酸钙（三水）含量[以 $\text{Ca}_3(\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 计]，w/%	98.0-100.5	附录 A 中 A.4
溶解度（25℃, 100mL 水）/（g）	3.0-4.0	附录 A 中 A.5
盐酸不溶物，w/% $\leq$	0.1	附录 A 中 A.6
干燥减量，w/%	1.0-1.5	附录 A 中 A.7
铅（Pb）/（mg/kg） $\leq$	5	GB 5009.12
重金属（以 Pb 计）/（mg/kg） $\leq$	20	GB/T5009.74
砷（以 As 计）/（mg/kg） $\leq$	3	GB/T5009.11
氟化物（以 F 计），w/% $\leq$	0.003	附录 A 中 A.8
溶液澄清度	通过试验	《中华人民共和国药典》2010 年版二部附录 IXB 《澄清度检查法》

附录 A

检验方法

A.1 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

本标准所用试剂除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682-2008 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是，均按 GB/T601、GB/T602、GB/T603 之规定制备。试验方法中所用溶液，没有指明时均指水溶液。

A.3 鉴别试验

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 盐酸。

A.3.1.2 1mol/L 乙酸溶液。

A.3.1.3 1mol/L 硫酸汞溶液。

A.3.1.4 1mol/L 高锰酸钾溶液。

A.3.1.5 1mol/L 草酸铵溶液。

A.3.1.6 2mol/L 硝酸溶液：125mL 硝酸加水稀释至 1000mL。

A.3.2 鉴别试验

A.3.2.1 将 0.5g 试样溶解于 10mL 水和 2.5mL 的 2mol/L 硝酸溶液的混合液中，加 1mL 1mol/L 硫酸汞溶液，加热至沸腾，再加 1mL 1mol/L 高锰酸钾溶液，产生白色沉淀。

A.3.2.2 以尽量低的温度完全灼烧 0.5g 试样，然后冷却，并将残余物溶于 10mL 的水和 1mL 1mol/L 乙酸溶液的混合液中，经过滤后再把 10mL 1mol/L 草酸铵溶液加入滤液中，产生大量白色沉淀，并可溶解于盐酸中。

A.4 柠檬酸钙（三水）含量的测定

A.4.1 试剂和材料

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 4g 氢氧化钠，溶于水，稀释至 100mL。

A.4.1.3 30%三乙醇胺溶液：38mL 三乙醇胺加水稀释至 100mL。

A.4.1.4 钙指示剂：称取 10g 预先在 105℃~110℃下干燥 2h 的氯化钠，置于研钵内研细，加入 0.1g 钙试剂，研细，混匀。

A.4.1.5 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液：c（EDTA）= 0.05 mol/L。

A.4.2 分析步骤

称取 380mg~400mg 预先在 105℃±2℃干燥 2h 的试样，精确至 0.0001g，加水 10mL，加 3mol/L 盐酸溶液至溶解（约 2mL）后，加水至约 100mL，加 30% 三乙醇胺 5mL 和 1mol/L 氢氧化钠溶液 15mL，摇匀。调节 pH 值大于 13，加入钙指示剂约 0.1g，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定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

柠檬酸钙（三水）含量以柠檬酸钙（三水）[Ca₃(C₆H₅O₇)₂·3H₂O]的质量分数 w_1 计，按公式 (A.1) 计算：

$$w_I = \frac{v \times 9.207 \times F}{m \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

V ——0.05mol/L 乙二胺四乙酸二钠标准溶液消耗体积的数值, 单位为毫升(mL);

F ——0.05mol/L 乙二胺四乙酸二钠标准溶液实际浓度与0.05的比值;

1000 ——换算因子;

m ——试样质量的数值, 单位为克(g);

9.207 ——每消耗 1mL 0.05mol/L 的乙二胺四乙酸盐相当于 9.207mg 的柠檬酸钙(三水)。

A. 5 溶解度的测定

在25℃的100mL水中, 加入试样4.0g, 电动搅拌3min, 若有沉淀, 则用预先于105℃±2℃干燥至质量恒定的石英砂芯漏斗, 真空泵抽滤后, 用10mL水冲洗2次沉淀, 过滤, 沉淀物于105℃±2℃干燥2h, 冷却后称量, 为 m_2 。溶解度(25℃, 100mL 水) w_2 等于 (4.0- m_2) g。

A. 6 盐酸不溶物的测定

称取 5g 试样, 精确至 0.001g。加 6mol/L 盐酸溶液 10mL 和水 50mL, 在磁力加热搅拌下30min, 用预先于105℃±2℃干燥2h的 3 号石英砂芯漏斗、真空泵抽滤, 用 200mL 水冲洗 5 次过滤、洗涤, 沉淀物于 105℃±2℃干燥 2h, 冷却后称量, 残留物质量不应超过 5mg (即0.1%)。

柠檬酸钙(三水) 盐酸不溶物按式A.2计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中: w_2 ——盐酸不溶物的百分含量;

m_1 ——烘干后烧杯和不溶物的质量的数值, 单位为克(g);

m_2 ——烧杯的质量的数值, 单位为克(g);

m ——试样质量的数值, 单位为克(g)。

A. 7 干燥减量的测定

A. 7. 1 分析步骤

称取约2g试样, 精准至0.0001g, 置于预先在105℃±2℃干燥1h的扁形称量瓶中, 铺成3mm以下的层, 于105℃±2℃干燥2h, 冷却后称量。

A. 7. 2 结果计算

干燥减量的质量分数 w_3 , 按公式(A.3)计算:

$$w_3 = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

m ——干燥前试样质量的数值, 单位为克(g);

m_1 ——干燥后试样质量的数值, 单位为克(g)。

A. 8 氟化物的测定

A. 8. 1 试剂和材料

A. 8. 1. 1 高氯酸。

A. 8. 1. 2 硝酸钍溶液: 称取硝酸钍 250mg, 加水溶解后稀释至 1000mL。

A. 8. 1. 3 茜素磺酸钠溶液: 茜素磺酸钠与水体积比 1:1000。

A. 8. 1. 4 0.05mol/L 氢氧化钠溶液。

A. 8. 1. 5 0.1Lmol/L 盐酸溶液。

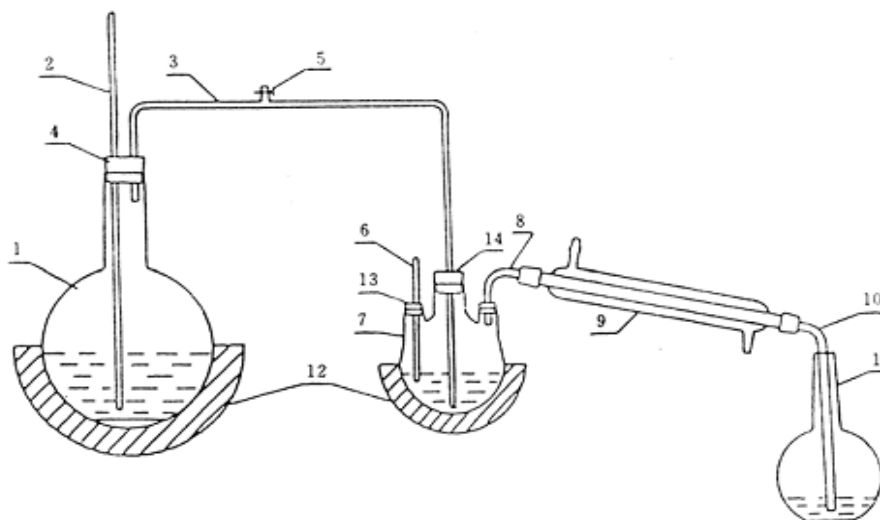
A. 8. 1. 6 氟化钠标准溶液: 精密称取经 105℃干燥 1h 的氟化钠 22.1mg, 置 100mL 容量瓶中, 加水溶解并稀释至刻度, 摇匀; 精密量取 10mL, 置另一 100mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 即得每 1mL 氟化钠标准溶液相当于 0.01 mg 的氟。

A. 8. 2 仪器和设备

一般实验室用仪器。

A. 8. 2. 1 测氟蒸馏装置示意图见图 A. 1。

A. 8. 2. 2 比色管 50mL。



1—蒸汽发生器 (1000 mL 烧瓶); 2—安全管 (φ5 mm); 3—玻璃管 (φ5 mm)

4—橡皮塞; 5—三通管和螺丝夹; 6—温度计 (200℃); 7—三口瓶 (250 mL);

8—玻璃弯管; 9—直形冷凝器 (500 mm); 10—玻璃弯管; 11—容量瓶;

12—加热套或电炉; 13、14—橡皮塞

图 A. 1 测氟蒸馏装置示意图

A. 8. 3 分析步骤

称取试样2.0g, 精确至 0.01g, 置于 250 mL 三口瓶中 (见图A.1), 加 10~20 粒玻璃珠, 慢慢加入 5mL 高氯酸, 用 15mL 水冲洗瓶壁。在三口瓶上装好温度计和玻璃管, 并将温度计的水银球和玻璃管插入三口瓶里的试液中, 并按测氟示意图将三口瓶与蒸汽发生器和直形冷凝管相连, 在蒸汽发生器中加入500mL 水, 打开螺丝夹, 加热至沸腾, 关闭螺丝夹, 将水蒸气通入三口瓶中, 通过电炉使三口瓶液体保持在 135℃~140℃, 直到馏出液约为 70mL 停止蒸馏。用水稀释馏出物至 80mL, 混匀, 移取 40mL 溶液于一 50mL 比色管中, 在相同的管中装入 40mL 水作为对照液, 每一只管子中, 加入 0.1mL 茜素磺酸钠溶液 (1-1000), 混匀, 滴加 0.05mol/L 氢氧化钠溶液, 边搅拌边加到含馏出物的管中, 直到试样管呈粉红色与对照管一致, 然后, 在试样与对照管中各加入 1mL 0.1mol/L 盐酸, 混匀。由滴定管以每次 0.05mL 的量在试样管内加入硝酸钍溶液, 使试样溶液变为粉红色。同时也在对照管内也精确加入同样体积的硝酸钍溶液, 混匀, 再用滴定管加入氟化钠标准溶液, 使试样管与对照管的颜色一样后, 稀释至相同体积, 混匀, 放置使管内气泡全部逸出后比较,

在对照管内加 1~2 滴氟化钠标准溶液，溶液颜色发生明显变化（即对照管内溶液颜色明显深于试样管颜色）可确定终点，消耗的氟化钠标准溶液不应超过 3.0mL，（每 1mL 氟化钠标准溶液相当于 10g 氟）。即要求柠檬酸钙（三水）中氟化物含量不得超过0.003%。

五、右旋糖酐酶

1.功能：食品用酶制剂

2.

酶	来 源
右旋糖酐酶 Dextranase	无定毛壳菌 Chaetomium erraticum （又名：细丽毛壳 Chaetomium gracil ）

3. 质量规格要求应符合《食品工业用酶制剂》（GB25594-2010）的规定。

附件 2

乳酸钙等 13 种扩大使用范围及用量的 食品添加剂

	名称	功能	食品分类号	食品名称	最大使用量 (g/kg)	备注
1	乳酸钙	稳定剂和凝固剂	16. 01	果冻	6	
2	二氧化碳	防腐剂	15. 02	配制酒（仅限预调酒）	按生产需要适量使用	
3	海藻酸丙二醇酯	增稠剂、乳化剂、稳定剂	06. 08	冷冻米面制品	5. 0	
4	辣椒油树脂	着色剂、增味剂	01. 06. 04	再制干酪	按生产需要适量使用	
5	碳酸氢铵	膨松剂	13. 02. 01	婴幼儿谷类辅助食品	按生产需要适量使用	
6	碳酸氢钠	膨松剂	06. 02. 02	大米制品（仅限发酵大米制品）	按生产需要适量使用	
			13. 02. 01	婴幼儿谷类辅助食品		
7	碳酸钠	酸度调节剂	06. 02. 02	大米制品（仅限发酵大米制品）	按生产需要适量使用	
8	甜菊糖苷	甜味剂	11. 04	餐桌甜味料	0. 05g/份	
9	黄原胶	增稠剂	13. 01. 03	特殊医学用途婴儿配方食品	9	使用量仅限粉状产品，液态产品按照稀释倍数折算
10	焦磷酸二氢二钠	护色剂	06. 04. 02. 02	其他杂粮制品（冷冻薯泥，包括冷冻土豆泥和冷冻红薯泥）	1. 5	最大使用量以磷酸根（ PO_4^{3-} ）计

11	焦磷酸二氢二钠	膨松剂	06. 03. 02. 04	面糊（如用于鱼和禽肉的托面糊）、裹粉、煎炸粉	5	以终产品中磷酸根（ PO_4^{3-} ）含量计，可按涂裹率增加使用量
12	三聚磷酸钠	水份保持剂	12. 01	复合调味料	5	以肉制品终产品中磷酸根（ PO_4^{3-} ）计
13	辛烯基琥珀酸淀粉钠	乳化剂	13. 01. 03	特殊医学用途婴儿配方食品	150	使用量仅限粉状产品，液态产品按照稀释倍数折算

附件 3

白油（液体石蜡）等 5 种扩大使用范围及用量的食品用加工助剂

	名称	英文名称	功能	使用范围
1	白油（液体石蜡）	white mineral oil	被膜剂	胶原蛋白肠衣的加工工艺
2	硫酸铜	copper sulphate	发酵用营养物质	发酵工艺
3	硫酸锌	zinc sulphate	发酵用营养物质	发酵工艺
4	乙酸乙酯	ethyl acetate	提取溶剂	酵母抽提物的加工工艺
5	聚甘油脂肪酸酯	polyglycerol esters of fatty acid	消泡剂	制糖工艺

附件 4

铁等 8 种扩大使用范围及用量的
食品营养强化剂

	名称	食品分类号	食品名称	使用量
1	铁	01. 02. 02	风味发酵乳	10—20 mg/kg
		01. 06	干酪和再制干酪 (仅限再制干酪)	60—100 mg/kg
2	牛磺酸	01. 01. 03	调制乳	0. 1—0. 5 g/kg
		01. 02. 02	风味发酵乳	0. 1—0. 5 g/kg
		01. 06	干酪和再制干酪 (仅限再制干酪)	0. 3—0. 5 g/kg
		01. 08	其他乳制品 (仅限奶片)	0. 3—0. 5g/kg
3	乳铁蛋白	01. 03. 02	调制乳粉	≤ 1. 0 g/kg
4	维生素 A	01. 02. 02	风味发酵乳	3000—9000 μg/kg
		01. 06	干酪和再制干酪 (仅限再制干酪)	600—1000 μg/kg
5	维生素 C	01. 01. 03	调制乳	120—240 mg/kg
6	维生素 D	01. 02. 02	风味发酵乳	10—40 μg/kg
		01. 06	干酪和再制干酪 (仅限再制干酪)	63—125 μg/kg
		01. 08	其他乳制品 (仅限奶片)	63—125 μ g/kg
7	维生素 B ₁	14. 02. 03	果蔬汁 (肉) 饮料 (包括 发酵型产品等)	2—5 mg/kg
8	维生素 B ₂	14. 02. 03	果蔬汁 (肉) 饮料 (包括 发酵型产品等)	2—5 mg/kg

附件 5

增补食品添加剂葡萄糖酸- δ -内酯的 质量规格要求

1. 生产工艺

以葡萄糖酸钠为原料，经溶解、阳离子交换脱钠、浓缩、结晶、离心、干燥后制得。

2. 技术要求

按照《食品添加剂 葡萄糖酸- δ -内酯》(GB 7657-2005)的规定执行。

附件 6

增补食品用酶制剂蛋白酶的原料来源

酶	来 源
蛋白酶 Protease	嗜热脂解芽孢杆菌 Bacilluse Stearothermophi

注：质量规格要求应符合《食品工业用酶制剂》（GB25594-2010）的规定。