



中华人民共和国国家标准

GB 3149—2004
代替 GB 3149—1992

GB 3149—2004

GB 3149—2004

式中:

V_1 ——空白试验时消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.8.2.4)的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定时消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.8.2.4)的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g);

M ——亚磷酸($\frac{1}{2}\text{H}_3\text{PO}_3$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=41.00$)。

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差值不大于0.0005%。

5 检验规则

5.1 本标准要求中的所有五项指标项目均为出厂检验。

5.2 每批产品不超过30 t。

5.3 按照 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时将采样器自包装桶口插入料层深度的四分之三处采样。将所采样品混匀,所采样品不得少于500 g,分装于两个清洁干燥的具塞瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验,另一瓶保存三个月备查。

5.4 食品添加剂磷酸应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的要求进行检验,生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。

5.5 使用单位有权按照本标准的规定对收到的食品添加剂磷酸产品进行验收。

5.6 检验结果如有一项指标不符合标准要求时,应重新自两倍量的采样单元数的包装中采样复验,复验结果即使只有一项指标不符合标准要求时,则整批产品为不合格。

6 标志、标签

6.1 食品添加剂磷酸包装桶上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、“食品添加剂”字样、商标、净含量、批号或生产日期、生产许可证号、卫生许可证号、本标准编号以及 GB/T 191—2000 中规定的“怕晒”、“腐蚀性物品”标志。

6.2 每批出厂的食品添加剂磷酸都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

7 包装、运输、贮存

7.1 食品添加剂磷酸采用专用密封小开口聚乙烯桶或材质为316 L的不锈钢槽车包装,每桶标明净含量。

7.2 食品添加剂磷酸在运输过程中,要轻提轻放,严禁烈日曝晒和猛烈撞击,严禁与有毒物质混运。

7.3 食品添加剂磷酸在贮存过程中,严禁与碱类、有毒物品及其他易腐蚀物品混放在一起,防止雨淋及阳光曝晒。

食品添加剂 磷酸

Food additive—Phosphoric acid



GB 3149—2004

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-21093

定价: 10.00 元

2004-04-09 发布

2004-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

中华人民共和国
国家标准
食品添加剂 磷酸
GB 3149—2004

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
网址 www.bzcb.com
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 19 千字
2004年7月第一版 2004年7月第一次印刷
*
书号: 155066·1-21093 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

4.7.2.2 氨水溶液:1+1。

4.7.2.3 硫化钠-丙三醇溶液配制:

称取5g硫化钠,溶于10mL水和30mL丙三醇混合溶液中。此溶液应避光、密封保存于棕色瓶中,三个月内有效。

4.7.2.4 铅标准溶液:1mL含铅(Pb)10μg,临用时配制。用移液管移取1mL按HG/T 3696.2配制的铅标准溶液,置于100mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.7.3 分析步骤

4.7.3.1 试验溶液的制备

称取约10g试样,精确至0.01g。置于50mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.7.3.2 测定

用移液管移取25mL试验溶液,置于50mL比色管中,用氨水溶液调至pH≈3~4(用精密试纸检验),用水稀释至约40mL,10mL新制备的饱和硫化氢水,摇匀,放置10min,与铅标准比色液比较。

铅标准比色液的配制:用移液管移取5mL试验溶液和适量(1mL~3mL)铅标准溶液,置于50mL比色管中,与试验溶液同时同样处理。为求得重金属的含量,需配制一系列的铅标准比色液。

取与试料管浊度相当的标准管中的硫酸盐的量进行计算。当试料管浊度介于两支标准管浊度之间时,按两标准管中硫酸盐量的平均值进行计算。

4.7.4 结果计算

重金属含量以铅(Pb)的质量分数 W_4 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$W_4 = \frac{V \times 10 \times 10^{-6}}{m[(25-5)/50]} \times 100 = \frac{0.0025V}{m} \dots\dots\dots(5)$$

式中:

V ——所取铅标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g);

10——每毫升铅标准溶液中铅的质量的数值,单位为微克(μg)。

4.8 易氧化物的测定

4.8.1 方法提要

在过量酸性硫酸铈标准滴定溶液中,与试样中的易氧化物反应,过量硫酸铈标准滴定溶液用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定。

4.8.2 试剂

4.8.2.1 硫酸溶液:1+2。

4.8.2.2 硫酸银溶液:10g/L。配制:称取1g硫酸银,加50mL硫酸溶液(1+2)溶解,用水稀释至100mL,摇匀。

4.8.2.3 硫酸铈标准滴定溶液: $c[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2]$ 约0.1mol/L。

4.8.2.4 硫酸亚铁铵标准滴定溶液: $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2]$ 约0.1mol/L。

4.8.2.5 1,10-菲罗啉-亚铁指示液。

4.8.3 分析步骤

在250mL锥形瓶中,加入40mL硫酸溶液,用移液管移取10.00mL硫酸铈标准滴定溶液,再加入10mL硫酸银溶液,摇匀。滴加10g(约6mL)试样,加40mL水,煮沸15min,冷却。用水稀释至原体积,加2滴1,10-菲罗啉-亚铁指示液,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至溶液呈红色。同时做空白试验。

4.8.4 结果计算

易氧化物(以 H_3PO_3 计)含量的质量分数 W_5 ,数值以%表示,按式(6)计算:

$$W_5 = \frac{[(V_1 - V_2)/1000]cM}{m} \times 100 \dots\dots\dots(6)$$

4.6.2 试剂

4.6.2.1 盐酸溶液:1+1。

4.6.2.2 硝酸溶液:1+15。

4.6.2.3 氢氧化钠溶液:200 g/L。

4.6.2.4 柠檬酸-柠檬酸三钠缓冲溶液:pH=5.5~6。称取 270 g 柠檬酸三钠($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)和 24 g 柠檬酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$)用水溶解,稀释至 1 000 mL,混匀。

4.6.2.5 溴甲酚绿指示液:1 g/L。

4.6.2.6 氟化物标准溶液:1 mL 含氟(F)2 μg 。临用时配制。用移液管移取 2 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氟化物标准溶液,置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.6.3 仪器、设备

4.6.3.1 氟离子选择性电极。

4.6.3.2 饱和甘汞电极。

4.6.3.3 电位计:精度为 2 mV/格。

4.6.3.4 电磁搅拌器。

4.6.4 分析步骤

4.6.4.1 工作曲线的绘制

用移液管移取 0.00 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL、10.00 mL 氟化物标准溶液,分别置于 50 mL 容量瓶中,加入 1 mL 盐酸溶液,5 滴柠檬酸-柠檬酸三钠缓冲溶液和 2 滴溴甲酚绿指示液,用氢氧化钠溶液调至溶液为蓝色,再用硝酸溶液调至溶液恰成黄色,加 20 mL 柠檬酸-柠檬酸三钠缓冲溶液,用水稀释至刻度,混匀。将溶液倒入 50 mL 干燥的烧杯中,置于电磁搅拌器上,插入氟离子选择性电极和饱和甘汞电极,连接电位计,搅拌片刻,调整电位计零点后,进行测量,记录平衡时的电位值。以氟化物(以 F 计)质量的数值的对数值为横坐标,相应的电位值为纵坐标,绘制标准曲线。

4.6.4.2 试验溶液的制备

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于 100 mL 烧杯中,用少量水稀释,用氢氧化钠溶液调至中性,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.6.4.3 测定

用移液管移取 10 mL 试验溶液,置于 50 mL 容量瓶中,以下按 4.6.4.1 条中从“加入 1 mL 盐酸溶液……”开始,至“……记录平衡时的电位值。”止进行。从标准曲线上查出相应的氟化物(以 F 计)质量的数值的对数,查反对数得到氟化物(以 F 计)质量的数值。

4.6.5 结果计算

氟化物含量以氟(F)的质量分数 W_3 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$W_3 = \frac{m_1/10^6}{m(10/100)} \times 100 = \frac{m_1/10^3}{m} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_1 ——试验溶液中氟化物(以 F 计)的质量的数值,单位为微克(μg);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果;平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 5%。

4.7 重金属的测定

4.7.1 方法提要

在 pH \approx 3~4 条件下,试样中的重金属离子与硫化氢作用,生成棕色悬浮物,与同法处理的铅标准溶液比较。

4.7.2 试剂

4.7.2.1 冰乙酸。

前 言

本标准的全部技术内容为强制性。

本标准修改采用美国食品化学药品法典(第四版)[(FCCIV)(1996)]《磷酸》(英文版)。

本标准根据 FCCIV(1996)重新起草。

本标准与 FCCIV(1996)的主要技术性差异如下:

——修改了要求中磷酸、砷的指标(本标准的 3.2),提高对产品质量的控制;

——增加了易氧化物项目(本标准的 3.2),更加适应用户对产品质量的需要;

——试验方法中磷酸含量测定中增加了喹钼柠酮重量法(本标准的 4.3),充分保证了对产品质量测定的可靠性;

——砷含量测定中增加了砷斑法(本标准的 4.3),在保证准确性的基础上,简化了测定手续;

——修改重金属的测定方法(本标准的 4.3),使测定方法更加完善。

本标准代替 GB 3149—1992《食品添加剂 磷酸》。

本标准与 GB 3149—1992 相比主要变化如下:

——修改了要求中磷酸、砷的指标(1992 年版的 3.2,本版的 3.2);

——删除了色度、氯化物、硫酸盐的要求(1992 年版的 3.2),及相应的试验方法(1992 年版的 4.2、4.7、4.8)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由化学工业无机盐产品标准化技术归口单位和中国疾病预防控制中心归口。

本标准主要起草单位:天津化工研究设计院、浙江新安江化工集团股份有限公司、江苏澄星磷化工股份有限公司、广西钦州港明鑫食用磷化工有限公司。

本标准主要起草人:陆思伟、陈根良、章建江、林明。

本标准所代替标准的历次版本发布情况:

——GB 3149—1982、GB 3149—1992。