

中华人民共和国化工行业标准

食品添加剂 植酸(肌醇六磷酸)

HG 2683-95

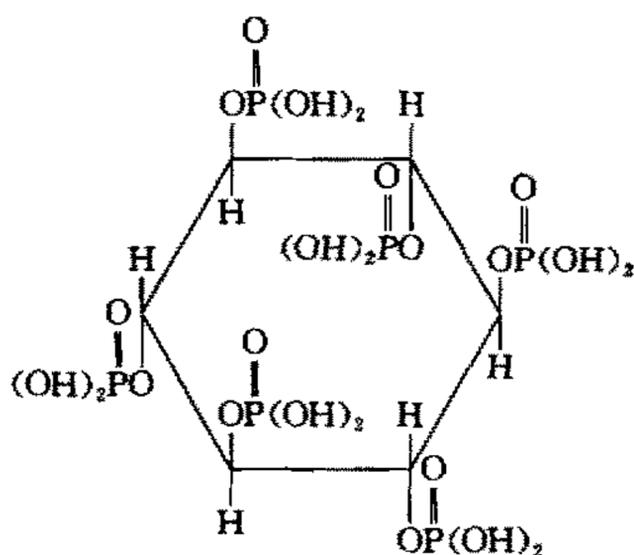
1 主题内容与适用范围

本标准规定了食品添加剂植酸(肌醇六磷酸)的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存等。

本标准适用于以米糠、玉米等植物为原料,用化学方法提取、纯化、浓缩而成的产品。该产品主要用于食品工业作抗氧化剂、防腐剂、发酵促进剂和螯合剂等。

分子式: $C_6H_{18}O_{24}P_6$

结构式:



相对分子质量: 660.04(按 1991 年国际相对原子质量)

2 引用标准

- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6680 液体化工产品采样通则
- GB/T 8450 食品添加剂中砷的测定方法
- GB/T 8451 食品添加剂中重金属限量试验法
- GB/T 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法
- GB/T 9729 化学试剂 氯化物测定通用方法

3 技术要求

3.1 外观：淡黄色或浅褐色粘稠液体。

3.2 食品添加剂植酸应符合下表要求：

项 目	指 标
植酸($C_6H_{18}O_{24}P_6$), %	\geq 50
无机磷(以 P 计), %	\leq 0.02
氯化物(以 Cl 计), %	\leq 0.02
硫酸盐(以 SO_4 计), %	\leq 0.02
钙盐(以 Ca 计), %	\leq 0.02
砷(以 As 计), %	\leq 0.000 3
重金属(以 Pb 计), %	\leq 0.003

4 试验方法

本标准所用的试剂和水,在没有其他特殊要求时,均使用现行国家标准或行业标准的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中三级水的规格。

试验中所需杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他规定时,均按 GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

4.1 鉴别试验

4.1.1 试剂和材料

- a. 硫酸；
- b. 过氧化氢；
- c. 氨水溶液：(2+3)；
- d. 氯化钙溶液：75g/L；
- e. 钼酸铵溶液：25g/L。

4.1.2 分析步骤

- a. 取本品少许,用氨水溶液中和,加氯化钙溶液数滴,即发生白色沉淀。
- b. 取本品 0.2mL,加硫酸 1mL,加热至完全炭化,再滴加过氧化氢至无色透明,加钼酸铵溶液即显黄色。

4.2 植酸含量的测定

4.2.1 方法提要——喹钼柠酮重量法

植酸经高氯酸和硝酸消解生成磷酸,在硝酸介质中,磷酸与喹钼柠酮试剂反应生成磷钼酸喹啉黄色沉淀,通过过滤、洗涤、干燥后称量,即可计算出试样中的植酸含量。

4.2.2 试剂和材料

- a. 硝酸；
- b. 高氯酸；
- c. 硝酸溶液：(1+1)；

d. 喹钼柠酮试剂的配制方法:

称取钼酸钠 70g 加水 150mL 溶解,为溶液 I;称取柠檬酸 60g 加水 150mL 和硝酸 85mL 溶解,在搅拌下将溶液 I 倒入其中,为溶液 II;量取水 100mL,加硝酸 35mL 和喹啉 5mL,将该混合液缓缓倒入溶液 II 中,放置 24h,过滤于 1L 容量瓶中,加丙酮 280mL,用水稀释至刻度,混匀后贮存于塑料瓶中,有效期半年。

4.2.3 仪器

砂芯玻璃漏斗或坩埚:G₁40mL。

4.2.4 分析步骤

称取试样约 0.3g(精确至 0.000 2g),置于 300mL 锥形瓶中,加硝酸 10mL,高氯酸 5mL,在通风橱内置于电炉上加热,逐渐升温使白烟逸出直至溶液透明近干,冷却。用少量水冲洗瓶壁,将其定量转移至 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,为溶液 A。

量取溶液 A 20.0mL 于 300mL 锥形瓶中,加水 80mL,硝酸溶液 10mL,喹钼柠酮试剂 50mL,于沸水浴中加热陈化至溶液澄清,冷却至室温。在抽滤装置上以倾泻法过滤,将沉淀定量转移至已恒重的砂芯玻璃漏斗中,用少量水多次洗涤沉淀和瓶壁。将该漏斗置于 120±2℃ 烘箱内干燥 1h,于干燥器内冷却至室温,称量。

4.2.5 分析结果的表述

植酸(C₆H₁₈O₂₄P₆)的百分含量(X₁)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 \times 0.014\ 00 \times 3.552}{m \times \frac{20}{100}} \times 100$$

$$= 24.86 \times \frac{m_1}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中: m₁——沉淀物的质量,g;

m——试料的质量,g;

0.014 00——磷钼酸喹啉与磷的换算系数: $\left(\frac{30.974}{2 \times 212.74} \right)$;

3.552——磷与植酸的换算系数: $\left(\frac{660.04}{30.974 \times 6} \right)$ 。

所得结果应表示至一位小数。

4.2.6 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.3%,取其算术平均值为测定结果。

4.3 无机磷的测定

4.3.1 方法提要——磷钼蓝比色法

在一定酸度和还原剂存在下,植酸溶液中游离磷酸盐生成的磷钼黄被还原成磷钼蓝。用目视比色法测定无机磷的限量值。

4.3.2 试剂和材料

- a. 氨水溶液:(2+3);
- b. 硫酸溶液:(1+6);
- c. 钼酸铵溶液:25g/L;
- d. 抗坏血酸溶液:100g/L,现用现配;
- e. 磷标准溶液:0.01mg P/mL。

4.3.3 分析步骤

称取试样 0.1g(精确至 0.01g),置于 25mL 比色管中,加水 5mL,用氨水溶液中和至 pH=7(pH 试

纸检验)。加硫酸溶液 1mL, 钼酸铵溶液 1mL, 抗坏血酸溶液 1mL, 用水稀释至刻度, 于冰浴(0~5℃)中放置 30min 后, 目视比色。试样所呈蓝色不得深于限量标准。

限量标准是取磷标准溶液(每 mL 相当于 0.01mg P)2.0mL, 加水至 5mL, 与试液同时同样处理。

4.4 氯化物的测定

4.4.1 试剂和材料

氨水溶液:(2+3)。

4.4.2 分析步骤

称取试样 0.5g(精确至 0.01g), 置于 25mL 比色管中, 加水 20mL, 用氨水溶液中和至 pH=7(pH 试纸检验)。其余按 GB/T 9729 的规定进行。

限量标准是取氯化物标准溶液(每 mL 相当于 0.1mgCl)1.0mL, 加水至 20mL, 与试液同时同样处理。

4.5 硫酸盐的测定

4.5.1 试剂和材料

氨水溶液:(2+3)。

4.5.2 分析步骤

称取试样 0.5g(精确至 0.01g), 置于 25mL 比色管中, 加水 20mL, 用氨水溶液中和至 pH=7(pH 试纸检验)。其余按 GB/T 9728 的规定进行。

限量标准是取硫酸盐标准溶液(每 mL 相当于 0.1mg SO₄)1.0mL, 加水至 20mL, 与试液同时同样处理。

4.6 钙盐的测定

4.6.1 方法提要——草酸钙比浊法

在乙酸介质中, 微量钙离子与草酸根离子生成难溶的草酸钙悬浮体, 用目视比浊法测定钙的限量值。

4.6.2 试剂和材料

- a. 乙酸 36%;
- b. 氨水溶液:(2+3);
- c. 草酸铵溶液:40g/L;
- d. 钙标准溶液:0.1mg Ca/mL。

4.6.3 分析步骤

称取试样 0.5g(精确至 0.01g), 于 25mL 比色管中, 加水 10mL, 用氨水溶液中和至 pH=7(pH 试纸检验)。加乙酸 1mL, 草酸铵溶液 5mL, 用水稀释至刻度, 放置 10min 后比浊。所呈浊度不得大于标准。

限量标准是取钙标准溶液(每 mL 相当于 0.1mg Ca)1.0mL, 加水至 10mL, 与试液同时同样处理。

4.7 砷的测定

分析步骤:

称取试样 1.0g, 置于 100mL 磨口锥形瓶中, 加水 10mL, 限量标准是取砷标准溶液(每 mL 相当 0.001mg As)3.0mL, 加水至 10mL。其余按 GB/T 8450 中砷斑法规定进行。

4.8 重金属含量的测定

4.8.1 试剂和溶液

- a. 乙酸 36%;
- b. 氨水溶液:(2+3);
- c. 硫化钠溶液:称取硫化钠 5g, 加水 10mL 和丙三醇 30mL 溶解, 有效期三个月;
- d. 铅标准溶液:0.01mg Pb/mL。取含 0.1mg Pb/mL 的溶液 10mL 于 100mL 容量瓶中, 稀释至刻度。

4.8.2 试样处理按 GB/T 8451 中 5.2.1 湿法消解法进行。

4.8.3 分析步骤

取 4.8.2 中试样溶液 5mL 置于 25mL 比色管中,用水稀释至 20mL,滴加氨水溶液中和至 pH=7~8(pH 试纸检验),加乙酸 0.2mL,必要时过滤。加硫化钠溶液 2 滴,用水稀释至刻度,摇匀,于暗处放置 5min 后,在白色背景下比色,所呈暗色不得大于限量标准。

限量标准是取铅标准溶液(每 mL 相当于 0.01mg Pb)2.0mL,加水至 20mL,与试液同时同样处理。

5 检验规则

5.1 食品添加剂植酸应由生产厂的质量检验部门进行检验。生产厂应保证所有出厂的产品质量都符合本标准的要求,并附有一定格式的质量证明书。内容包括:产品名称、生产厂名、厂址、批号、生产日期、产品净重、本标准编号、生产许可证号和保质期。

5.2 用户有权按本标准对所收到的产品进行验收,验收应在到货后的 10 天内进行。

5.3 一次生产的均匀产品为一批。

5.4 采样量及采样方法均按 GB/T 6678 第 6.6 条及 GB/T 6680 第 2 章规定执行。将所采取的 200g 样品分装于两个清洁干燥的磨口或塑料瓶中,瓶口密封,瓶上粘贴标签。注明:生产厂名、产品名称、批号、取样日期及取样者。一瓶供检验、一瓶保存三个月备查。

5.5 如检验结果有一项指标不符合本标准的要求时,应重新自两倍量的包装中采样复检,复检后如仍有一项指标不符合本标准的要求,则整批产品不予验收。

5.6 当供需双方对产品质量发生异议时,按《中华人民共和国产品质量法》的规定办理。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 本产品外包装上应标明“食品添加剂”字样及如下内容的标志:生产厂名、厂址、产品名称、商标、规格、批号、净重、生产日期、本标准编号和生产许可证号。

6.2 食品添加剂植酸用聚乙烯塑料桶包装。每桶净重 1、5、10 及 20kg,外加瓦楞纸箱或木箱包装,还可根据用户需要包装。

6.3 运输时勿使桶倒置,防止日晒、雨淋,轻装轻卸,防止包装破损,不能与有毒、有害物品混运。

6.4 本品应贮存在阴凉、避光的通风暗处。不宜露天堆放,不得与有毒、有害物质混放,以免污染。保质期为一年。一年后如抽样试验结果仍符合本标准要求时,则可继续使用。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化工部北京化工研究院和卫生部食品卫生监督检验所技术归口。

本标准由宜兴市善卷植酸厂负责起草。

本标准主要起草人张海良、马丹、白洪雨、张祖明。