

备案号:3718—1999

HG 2928—1999

## 前 言

本标准是非等效采用美国食品化学药典第四版(1996)[FCC IV(1996)]《焦磷酸二氢二钠》化工行业标准对 HG 2928—1989《食品添加剂 焦磷酸二氢二钠》修订而成。

本标准与美国食品化学药典的主要技术差异为:

- 指标项目增加了 pH 值,不设铅的指标。
- 砷含量的测定采用 GB/T 8450《食品添加剂中砷的测定方法》。
- 重金属的测定采用 GB/T 8451《食品添加剂中重金属限量试验方法》。
- 氟化物的测定采用蒸馏法。
- pH 的测定采用仪器法。

本标准与 HG 2928—1989 的主要技术差异:

- 重金属指标由 0.002% 改为 0.0015%。
- 重金属含量的测定作了改进。
- 增加了包装容量(改为 25 kg 包装),增加了产品的保存期。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准自实施之日起,同时代替 HG 2928—1989。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

本标准由化工部无机盐产品标准化技术归口单位和卫生部食品卫生监督检验所归口。

本标准起草单位:化学工业部天津化工研究院和连云港市红旗化工厂。

本标准主要起草人:潘杭军、李光明、陆思伟、刘真。

本标准于 1989 年 3 月首次发布为国家标准,1997 年调整为强制性化工行业标准,并重新进行了编号。

本标准委托化工部无机盐产品标准化技术归口单位负责解释。

# 中华人民共和国化工行业标准

## 食品添加剂 焦磷酸二氢二钠

HG 2928—1999

代替 HG 2928 1989

Food additive—

Disodium dihydrogen pyrophosphate

### 1 范围

本标准规定了食品添加剂 焦磷酸二氢二钠的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于除砷的磷酸和纯碱或磷酸二氢钠为原料制得的焦磷酸二氢二钠,该产品在食品加工中作为快速发酵剂和品质改良剂。

分子式:  $\text{Na}_2\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7$

相对分子质量: 221.94(按 1995 年国际相对原子质量)

### 2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准的最新版本的可能性。

GB 191—1990 包装储运图示标志

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

GB/T 8450—1987 食品添加剂中砷的测定方法

GB/T 8451—1987 食品添加剂中重金属限量试验方法

### 3 要求

3.1 外观:本品为白色粉末。

3.2 食品添加剂 焦磷酸二氢二钠应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目		指 标
焦磷酸二氢二钠(以 $\text{Na}_2\text{H}_2\text{P}_2\text{O}_7$ 计)含量/%	$\geq$	95.0
水不溶物含量/%	$\leq$	1.0
砷(As)含量/%	$\leq$	0.000 3

国家石油和化学工业局 1999-06-16 批准

2000-06-01 实施

表 1(完)

项 目	指 标
重金属(以 Pb 计)含量/%	≤ 0.001 5
氟化物含量(以 F 计)/%	≤ 0.005
pH 值(10 g/L 溶液)	4.0±0.5

#### 4 试验方法

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 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 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

**安全提示:**试验中所用盐酸和高氯酸为腐蚀性试剂,操作时应小心。

##### 4.1 鉴别试验

###### 4.1.1 试剂和材料

4.1.1.1 盐酸。

4.1.1.2 氨水。

4.1.1.3 冰乙酸。

4.1.1.4 硝酸银溶液:17 g/L。

4.1.1.5 铂丝环。

###### 4.1.2 鉴别方法

###### 4.1.2.1 焦磷酸根的鉴别

称取 0.1 g 试样,溶于 10 mL 水中,加 1 mL 硝酸银溶液,生成白色沉淀,此沉淀溶于氨水,不溶于冰乙酸。

###### 4.1.2.2 钠离子的鉴别

称取 1 g 试样,加 20 mL 水溶解。用铂丝环蘸盐酸,在火焰上燃烧至无色。再蘸取试验溶液在火焰上燃烧,火焰应呈黄色。

##### 4.2 焦磷酸二氢二钠含量的测定

###### 4.2.1 方法提要

试样在酸性条件下与硫酸锌反应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。

###### 4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 盐酸溶液:1+10。

4.2.2.2 硫酸锌溶液:250 g/L(调至 pH 值为 3.8)。

4.2.2.3 无水焦磷酸钠。

将焦磷酸钠从水中重结晶三次后(制备方法见附录 A)置于铂坩埚中,在 400℃ 下灼烧至质量恒定。

4.2.2.4 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$  约为 0.1 mol/L。

标定:称取 0.3 g 无水焦磷酸钠(精确至 0.000 2 g),置于 150 mL 烧杯中,加 50 mL 不含有二氧化碳的水溶解,在搅拌下加入盐酸溶液调至溶液 pH 值为 3.8,然后按 4.2.4 所述步骤,从“加入 25 mL 硫酸锌溶液……”开始进行标定。

每毫升氢氧化钠标准滴定溶液相当于焦磷酸二氢二钠的克数( $T$ )按式(1)计算:

$$T = \frac{0.8345 m}{V} \dots\dots\dots(1)$$

式中： $m$ ——无水焦磷酸钠的质量，g；

$V$ ——氢氧化钠标准滴定溶液在标定中消耗的体积，mL；

0.8345——焦磷酸钠换算为焦磷酸二氢二钠的系数。

#### 4.2.3 仪器、设备

4.2.3.1 电位滴定仪或酸度计。

4.2.3.2 磁力搅拌器。

#### 4.2.4 分析步骤

称取约 0.3 g 试样(精确至 0.000 2 g)，置于 150 mL 烧杯中，加入 50 mL 不含二氧化碳的水，加热使试样全部溶解。在酸度计上用盐酸溶液调至溶液 pH 值为 3.8。加入 25 mL 硫酸锌溶液，搅拌 3 min。在搅拌下用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液的 pH 值为 3.8，即到终点。

#### 4.2.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的焦磷酸二氢二钠含量( $X_1$ )按式(2)计算：

$$X_1 = \frac{TV}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中： $T$ ——每毫升氢氧化钠标准滴定溶液相当于焦磷酸二氢二钠的克数；

$V$ ——滴定试验溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积，mL；

$m$ ——试样的质量，g。

#### 4.2.6 允许差

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 0.3%。

### 4.3 水不溶物含量的测定

#### 4.3.1 方法提要

试样溶于水后，经过滤、洗涤、干燥后称量。

#### 4.3.2 仪器、设备

4.3.2.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径 5  $\mu\text{m}$ ~15  $\mu\text{m}$ 。

4.3.2.2 电烘箱：控制温度 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 。

#### 4.3.3 分析步骤

称取 5 g 试样(精确至 0.01 g)，置 400 mL 烧杯中，加 200 mL 水并加热溶解，用预先质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤，用热水洗涤至滤液呈中性。将玻璃砂坩埚连同水不溶物置于 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$  烘箱中烘至质量恒定。

#### 4.3.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量( $X_2$ )按式(3)计算：

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中： $m_1$ ——残渣和玻璃砂坩埚的质量，g；

$m_2$ ——玻璃砂坩埚的质量，g；

$m$ ——试料的质量，g。

#### 4.3.5 允许差

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 0.3%。

### 4.4 砷含量的测定

称取约 1 g 试样(精确至 0.01 g)，置于 100 mL 烧杯中，加 20 mL 水和(1+1)盐酸溶液 10 mL，加热溶解后，全部转移至测砷瓶中，加水至总体积约 40 mL，按 GB/T 8450—1987 中 2.4 规定操作。

标准是用移液管移取 3 mL(1 mL 溶液含有 1  $\mu\text{g}$  As)砷标准溶液，与试样同时同样处理。

### 4.5 重金属含量的测定

称取约 5 g 试样(精确至 0.01 g),置于 100 mL 烧杯中,加 80 mL 水,加热溶解后移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。用两层中速滤纸干过滤,弃去最初 20 mL 溶液,用移液管移取 20 mL 试验溶液置于 50 mL 比色管中。加一滴 10 g/L 酚酞指示液,用 40 g/L 氢氧化钠溶液调节至溶液呈中性,加水至总体积约 30 mL,按 GB/T 8451—1987 的第 6 章操作。

标准比色溶液是用移液管移取 1 mL(1 mL 溶液含有 10  $\mu$ g Pb)铅标准溶液,与试样同时同样处理。

#### 4.6 氟化物含量的测定

##### 4.6.1 方法提要

在高氯酸介质中,通过蒸汽蒸馏使氟自试样中分离,氟与茜素氨羧络合剂和硝酸镧的混合剂形成蓝色络合物,将试验溶液的颜色与标准进行比较。

##### 4.6.2 试剂和材料

###### 4.6.2.1 高氯酸。

###### 4.6.2.2 丙酮。

###### 4.6.2.3 冰乙酸溶液:1+16。

###### 4.6.2.4 乙酸钠溶液:250 g/L。

###### 4.6.2.5 酚酞指示液:10 g/L。

###### 4.6.2.6 硝酸银溶液:17 g/L。

###### 4.6.2.7 氢氧化钠溶液:40 g/L。

###### 4.6.2.8 氢氧化钠溶液:4 g/L。

###### 4.6.2.9 盐酸溶液:1+10。

###### 4.6.2.10 茜素氨羧络合剂。

称取 0.192 5 g 茜素氨羧络合剂,加少量水及氢氧化钠溶液(4.6.2.7)溶解,加 0.125 g 乙酸钠,用冰乙酸溶液调至溶液 pH 值为 5.0(此时溶液呈红色),用水稀释至 500 mL,摇匀,于冰箱中保存。当出现沉淀时,应重新制备。

###### 4.6.2.11 硝酸镧溶液。

称取 0.216 5 g 硝酸镧,用少量冰乙酸溶液溶解,加水至 450 mL,用乙酸钠溶液调节至 pH 值为 5.0(用精密 pH 试纸检验),用水稀释至 500 mL,于冰箱中保存。生霉后重新制备。

###### 4.6.2.12 缓冲溶液。

称取 44 g 乙酸钠溶于 400 mL 水中,加 22 mL 冰乙酸,再滴加冰乙酸调至溶液 pH 值为 4.7(用精密 pH 试纸检验),然后加水稀释至 500 mL。

###### 4.6.2.13 氟化物标准溶液:1 mL 溶液含有 0.01 mg F。

配制:用移液管移取 10 mL 按 GB/T 602 配制的氟化物标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

#### 4.6.3 仪器、设备

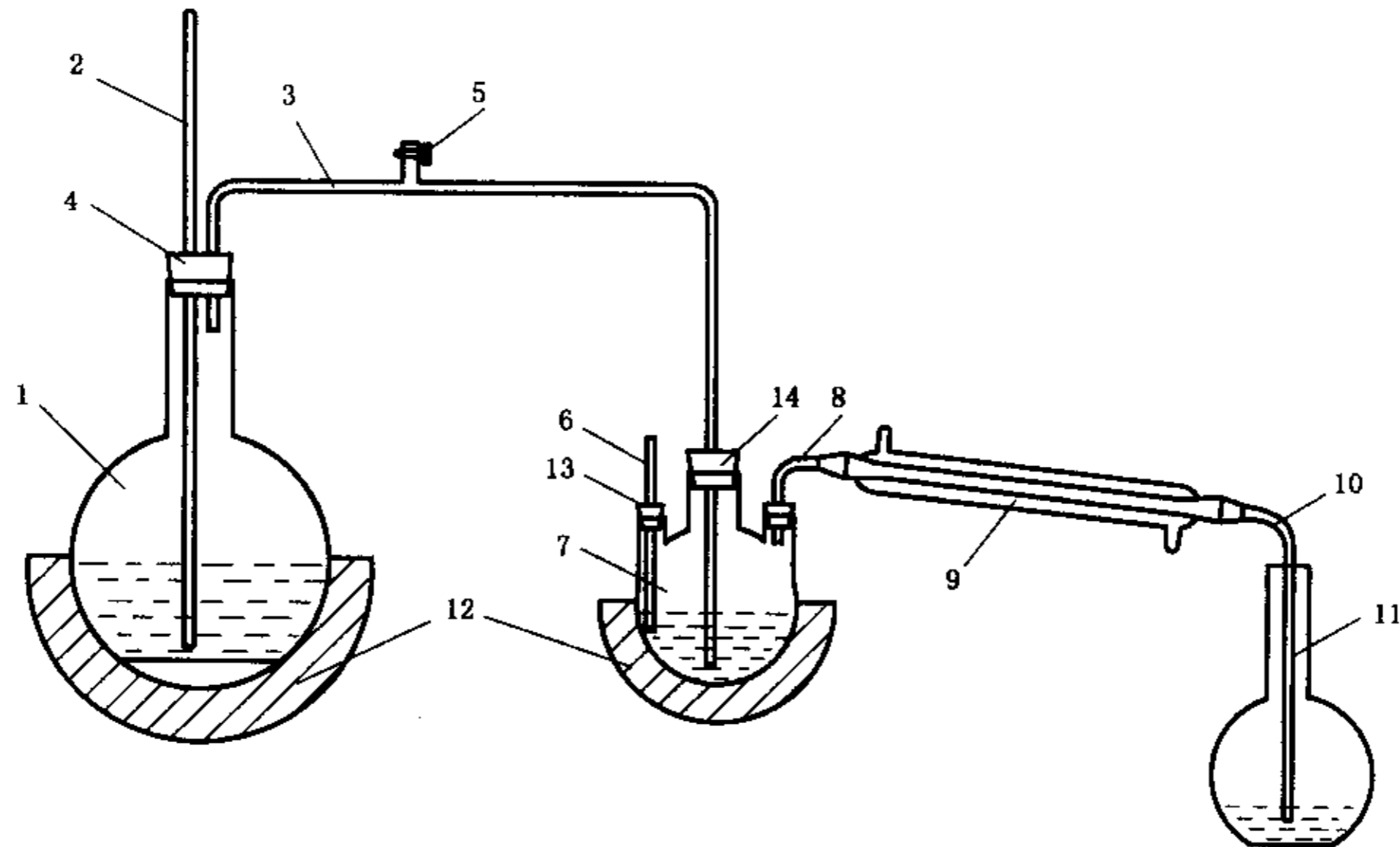
测氟蒸馏装置:见图 1。

#### 4.6.4 分析步骤

称取 2.00 g 试样(精确至 0.01 g),置于 250 mL 三口烧瓶中(见图 1),加几粒玻璃珠,慢慢加入 10 mL 高氯酸,用约 8 mL 水冲洗瓶壁,加 8~10 滴硝酸银溶液,瓶塞上的温度计应密塞,并将温度计的水银球插入试验溶液中,连接好水蒸气发生器及直形冷凝器,将冷凝器的末端接上玻璃弯管,并使弯管插入盛有 10 mL 氢氧化钠溶液(4.6.2.8)和 2 滴酚酞指示液的 250 mL 容量瓶中。水蒸气发生器中加 500 mL 水,滴加氢氧化钠溶液(4.6.2.7)使溶液呈碱性。打开螺丝夹,加热至近沸。关闭螺丝夹,将水蒸气通入三口烧瓶中,三口烧瓶同时加热,调节水蒸气的进入量,使温度上升后保持在 135℃~140℃之间。如果容量瓶中溶液褪色,补加适量的氢氧化钠溶液(4.6.2.8)直到馏出液约为 200 mL,停止蒸馏,摇匀。用氢氧化钠溶液(4.6.2.8)或盐酸溶液调节至 pH 值为 7.0(用精密 pH 试纸检验),再多加 2 滴

盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 25 mL 试验溶液,置于 50 mL 比色管中,加 5 mL 茜素氨羧络合剂和 3 mL 缓冲溶液,混匀。慢慢加入 5 mL 硝酸镧溶液,振摇。再加 10 mL 丙酮,加水至 50 mL,室温放置 20 min。与标准比色溶液比较,其颜色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 氟化物标准溶液,与试验溶液同时同样处理。



1—水蒸气发生器(1 000 mL 烧瓶);2—安全管( $\phi 5$  mm);3—玻璃管( $\phi 5$  mm);4、13、14—橡皮塞;  
5—三通管和螺丝夹;6—温度计( $200^{\circ}\text{C}$ );7—三口烧瓶(250 mL);8—玻璃弯管;9—直形冷凝器  
(500 mm);10—玻璃弯管;11—容量瓶(250 mL);12—加热套或电炉

图 1 测氟蒸馏装置示意图

#### 4.7 pH 值的测定

##### 4.7.1 方法提要

将玻璃电极和参比电极浸入试验溶液中,构成一原电池,其电位与溶液的 pH 值有关,通过测量原电池的电位即可得出溶液的 pH 值。

##### 4.7.2 仪器、设备

4.7.2.1 酸度计:精度为 0.1 pH 单位。

4.7.2.2 玻璃电极:使用前须在水中浸泡 24 h 以上,并浸于水中保存。

4.7.2.3 甘汞电极。

##### 4.7.3 分析步骤

称取约 1 g 试样(精确至 0.01 g),置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水溶解,用已校正过的酸度计测量溶液的 pH 值。

##### 4.7.4 允许差

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 0.2 pH 单位。

## 5 检验规则

5.1 本标准规定的所有六项指标为出厂检验项目。

5.2 每批产品不超过 5 t。

5.3 按照 GB/T 6678—1986 中 6.6 的规定确定采样单元数。每一塑料编织袋为一包装单元。采样时,从每个选取的包装袋的上方斜插至料层深度的  $3/4$  处,用采样器取出不少于 50 g 的样品,将所采的样品混匀后,按四分法缩分至约 200 g,立即装入两个清洁干燥带磨口塞的广口瓶中,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 食品添加剂焦磷酸二氢二钠应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准的规定进行检验,生产厂应保证每批出厂产品都符合本标准的要求。

检验结果有一项指标不符合本标准要求时,应自两倍量的包装中采样进行重新检验,核验的结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

## 6 标志、包装、运输、贮存

6.1 食品添加剂焦磷酸二氢二钠包装袋上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、“食品添加剂”字样、净含量、批号或生产日期、保存期、生产许可证号、本标准编号以及 GB 191 中的“怕湿”标志。

6.2 每批出厂产品应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、“食品添加剂”字样、批量、批号或生产日期、保存期、生产许可证号、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。

6.3 食品添加剂焦磷酸二氢二钠采用四层包装。内包装采用食品用聚乙烯塑料薄膜袋,厚度为 0.07 mm;外包装采用塑料编织袋。每袋净含量 25 kg。用户对包装有特殊要求时,可由供需双方协商。

6.4 食品添加剂焦磷酸二氢二钠的包装,内袋用维尼龙绳或其质量相当的绳两次扎紧,或用与其相当的其他方式封口;外袋在距袋边不小于 30 mm 处折边,在距袋边不小于 15 mm 处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口。缝线整齐,针距均匀。无漏缝和跳线现象。

6.5 食品添加剂焦磷酸二氢二钠在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、受潮。不得与有毒有害物品混运。防止污染。

6.6 食品添加剂焦磷酸二氢二钠应贮存在干燥库房处,防止雨淋、受潮、日晒。不得与有毒有害物品混贮。防止污染。

6.7 食品添加剂焦磷酸二氢二钠在符合本标准包装贮存和运输的条件下,保存期为二年。

附 录 A

(标准的附录)

三次重结晶焦磷酸钠的制备方法

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,用少量水洗涤结晶二次。

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。

如果使用试剂十水焦磷酸钠,则称取 80 g,按第一次和第二次结晶方法操作。

---