

备案号:3717—1999

HG 2923—1999

前 言

本标准是等效采用美国食品化学药典第四版(1996)[FCC IV(1996)]《焦磷酸钠》对化工行业标准 HG 2923—1988《食品添加剂 焦磷酸钠》修订而成。

本标准与 FCC IV(1996)的主要技术差异如下:

——本标准在 FCC 的基础上,根据我国产品的实际生产情况,增加了正磷酸盐指标。

——FCC 标准焦磷酸钠含量指标为 95.0%~100.5%,本标准无水焦磷酸钠为 96.5%~100.5%,十水合焦磷酸钠为 98.0%;pH 值指标 FCC 标准约为 10,本标准规定为 9.9~10.7。

——在分析方法上,砷含量的测定 FCC 采用二乙基二硫代氨基甲酸银比色法,本标准采用我国食品添加剂砷含量测定的通用方法——砷斑法;氟化物含量的测定 FCC 采用氟离子选择电极法,本标准采用蒸馏法。

本标准与 HG 2923—1988 的主要技术差异为:

——无水焦磷酸钠根据 FCC 的要求增加了上限。

——试验方法中重金属含量的测定作了改进,使方法更加科学合理。

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 2923—1988。

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、连云港红旗化工厂、江苏北方氯碱集团公司徐州东方化工厂。

本标准主要起草人:潘杭军、张美荣、刘真、柴丽、时洁。

本标准 1988 年 2 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
焦磷酸钠

HG 2923—1999

代替 HG 2923—1988

Food additive—
Sodium pyrophosphate

1 范围

本标准规定了食品添加剂 焦磷酸钠的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存。
本标准适用于食品添加剂 焦磷酸钠,该产品在食品加工中用作品质改良剂。

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 分类

食品添加剂焦磷酸钠分为无水焦磷酸钠和十水合焦磷酸钠二类。

3.1 无水焦磷酸钠

分子式: $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$

相对分子质量:265.90(按 1995 年国际相对原子质量)

3.2 十水合焦磷酸钠

分子式: $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量:446.05(按 1995 年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观:本品为白色粉末或结晶。

4.2 食品添加剂 焦磷酸钠应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	指 标	
	无水焦磷酸钠($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$)	十水合焦磷酸钠($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)
焦磷酸钠含量/%	96.5~100.5	≥ 98.0
水不溶物含量/% $\leq$	0.20	0.10
pH 值(10 g/L 溶液)	9.9~10.7	
正磷酸盐	通过试验	
砷(As)含量/% $\leq$	0.000 3	
重金属(以 Pb 计)含量/% $\leq$	0.001	
氟化物(以 F 计)含量/% $\leq$	0.005	
灼烧减量/%	≤ 0.50	38.0~42.0

5 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。

5.1 鉴别试验

5.1.1 试剂和材料

5.1.1.1 盐酸。

5.1.1.2 硝酸银溶液:20 g/L。

5.1.2 鉴别方法

5.1.2.1 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。再蘸取试液在火焰上燃烧,火焰应呈橘黄色。

5.1.2.2 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,此沉淀溶于氨水和硝酸溶液,不溶于乙酸溶液。

5.2 焦磷酸钠含量的测定

5.2.1 方法提要

焦磷酸钠与盐酸反应生成焦磷酸二氢二钠,向溶液中加入硫酸锌,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。

本方法仅用于测定焦磷酸钠,当有聚磷酸盐存在时,此法不准确。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 盐酸溶液:1+20 和 1+100。

5.2.2.2 硫酸溶液:1+500。

5.2.2.3 硫酸锌溶液:125 g/L(调 pH 值为 3.8)。

配制:将 125 g 硫酸锌($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)溶解于水,稀释至 1 L,在 pH 计上,用硫酸溶液或氢氧化钠溶液将 pH 值调至 3.8。

5.2.2.4 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。

5.2.2.5 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约为 0.1 mol/L^[1]。

标定:称取约 0.5 g 无水焦磷酸钠(5.2.2.4)(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 值为 3.8,然后按 5.2.4 中所述步骤,从“加入 50 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钠的克数(T)按式(1)计算:

$$T = \frac{m_1}{V_1} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 ——称取无水焦磷酸钠的质量,g;

V_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液在标定中消耗的体积,mL。

5.2.3 仪器、设备

5.2.3.1 电位滴定仪或 pH 计:分度值为 0.01 mV 或 0.1 pH 单位。

5.2.3.2 磁力搅拌器。

5.2.4 分析步骤

称取约 5 g 试样^[2](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 值为 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 值接近 3.6 停止滴定,搅拌 2 min 使溶液达到平衡,继续滴定至 pH 值为 3.8,此时每加一滴后要搅拌 30 s^[3]。

5.2.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的无水焦磷酸钠(以 $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ 计)含量(X_1)按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{TV_2}{m \times \frac{50}{500}} \times 100 = \frac{1\,000TV_2}{m} \quad \dots\dots\dots(2)$$

以质量百分数表示的十水合焦磷酸钠(以 $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ 计)含量(X_1)按式(3)计算:

$$X_1 = \frac{TV_2 \times 1.678}{m \times \frac{50}{500}} \times 100 = \frac{1\,678TV_2}{m} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: T ——每毫升氢氧化钠标准滴定溶液相当于无水焦磷酸钠的克数;

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,mL;

m ——试料的质量,g;

1.678——将无水焦磷酸钠换算为十水合焦磷酸钠的系数。

5.2.6 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%。

5.3 水不溶物含量的测定

5.3.1 方法提要

采用说明:

1] FCC 采用邻苯二甲酸氢钾标定氢氧化钠标准滴定溶液。

2] FCC 直接称取 500 mg 试样。

3] FCC 规定为在终点附近每次加入氢氧化钠标准滴定溶液之后,应留出时间让任何氢氧化锌的沉淀重新溶解。

试样溶于水后,经过滤、洗涤、干燥后称量。

5.3.2 仪器、设备

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

5.3.2.2 电烘箱:控制温度 $(105\pm 2)^\circ\text{C}$ 。

5.3.3 分析步骤

称取 $20.0\ \text{g}^{[1]}$ 试样(精确至 $0.1\ \text{g}$),置于 $400\ \text{mL}$ 烧杯中,加 $200\ \text{mL}$ 水并加热溶解,用预先在 $(105\pm 2)^\circ\text{C}$ 下质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤,用热水洗涤至滤液呈无碱性。将玻璃砂坩埚置于 $(105\pm 2)^\circ\text{C}$ 烘箱中烘至质量恒定^[2]。

5.3.4 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(4)计算:

$$X_2 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: m_1 ——玻璃砂坩埚质量, g ;

m_2 ——残渣和玻璃砂坩埚的质量, g ;

m ——试样的质量, g 。

5.3.5 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 0.02% 。

5.4 pH 值的测定

5.4.1 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。

5.4.2 试剂和材料

无二氧化碳的水。

5.4.3 仪器、设备

pH 计:分度值为 $0.1\ \text{pH}$ 单位。

5.4.4 分析步骤

将参比电极和测量电极与酸度计连接好,预热、调零、定位。

称取约 $1\ \text{g}$ 试样(精确至 $0.01\ \text{g}$),置于 $100\ \text{mL}$ 烧杯中,用无二氧化碳的水溶解,移入 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。倒入 $100\ \text{mL}$ 干燥的烧杯中,用 pH 计测定试验溶液的 pH 值。

5.4.5 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 $0.1\ \text{pH}$ 单位。

5.5 正磷酸盐的试验

5.5.1 试剂和材料

硝酸银溶液: $50\ \text{g/L}$ 。

5.5.2 分析步骤

称取 $1.0\ \text{g}$ 研成粉末的试样,加 $2\sim 3$ 滴硝酸银溶液,不得产生明显的黄色。

5.6 砷含量的测定

称取约 $1\ \text{g}$ 试样(精确至 $0.01\ \text{g}$),置于广口瓶中,加 $6\ \text{mL}$ 盐酸溶解,加水至总体积约 $40\ \text{mL}$,按

采用说明:

1] FCC 称 $10.0\ \text{g}$ 试样,用 $100\ \text{mL}$ 水溶解。

2] FCC 为干燥 $2\ \text{h}$ 。

GB/T 8450—1987 中 2.4 规定操作。

标准是用移液管移取 3 mL 砷标准溶液(1 mL 溶液含有 1 μg As),与试样同时同样处理。

5.7 重金属含量的测定

称取约 5 g 无水焦磷酸钠试样(精确至 0.01 g),置于 100 mL 烧杯中,加 80 mL 水,加热溶解,冷却后移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。干过滤,弃去最初 15 mL 溶液,用移液管移取 20 mL 试验溶液置于 50 mL 比色管中。

称取约 1 g 十水合焦磷酸钠试样(精确至 0.01 g),置于 50 mL 比色管中,加 20 mL 水溶解。

标准比色溶液是用移液管移取 1 mL 铅标准溶液(1 mL 溶液含有 10 μg Pb),置于 50 mL 比色管中。

以下按 GB/T 8451—1987 的第 6 章操作。

5.8 氟化物含量的测定

5.8.1 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。

5.8.2 试剂和材料

5.8.2.1 高氯酸。

5.8.2.2 丙酮。

5.8.2.3 硝酸银溶液:17 g/L。

5.8.2.4 酚酞指示液:10 g/L。

5.8.2.5 氢氧化钠溶液:40 g/L。

5.8.2.6 氢氧化钠溶液:4 g/L。

5.8.2.7 盐酸溶液:1+10。

5.8.2.8 茜素羧络合剂溶液。

称取 0.193 g 茜素羧络合剂,加少量水及氢氧化钠溶液(5.8.2.5)溶解,加 0.13 g 乙酸钠,用(1+16)乙酸溶液调至溶液 pH 值为 5.0(用精密 pH 试纸检验,此时溶液呈红色),移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,于冰箱中保存。当出现沉淀时,应重新制备。

5.8.2.9 硝酸镧溶液。

称取 0.217 g 硝酸镧,用少量(1+16)乙酸溶液溶解,加水至 450 mL,用 25 g/L 乙酸钠溶液调节至 pH 值为 5.0(用精密 pH 试纸检验),移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,于冰箱中保存,生霉后重新制备。

5.8.2.10 缓冲溶液。

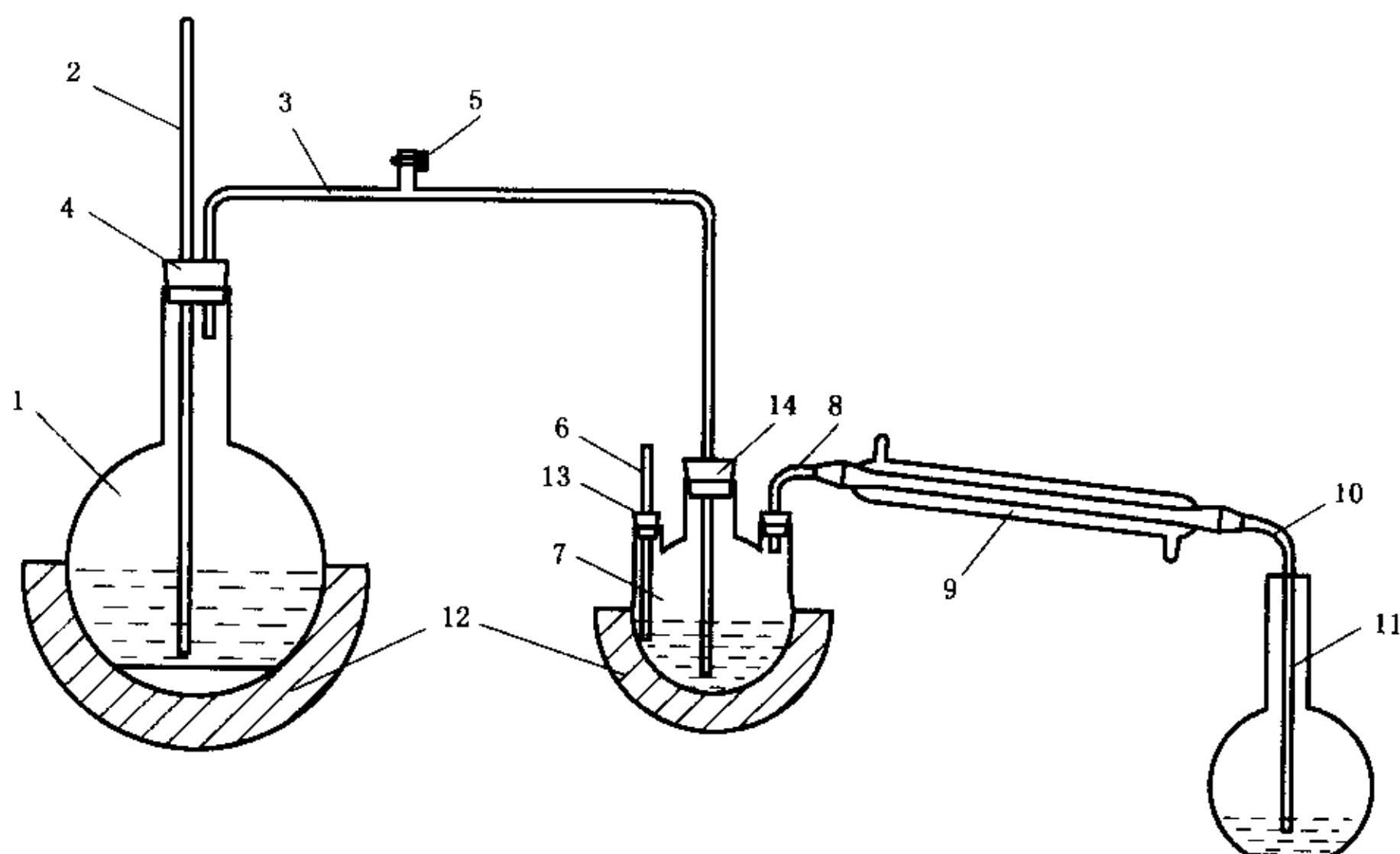
称取 44 g 乙酸钠溶于 400 mL 水中,加 22 mL 冰乙酸,再滴加冰乙酸调至溶液 pH 值为 4.7(用精密 pH 试纸检验),移入 500 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

5.8.2.11 氟化物标准溶液:1 mL 溶液含有 0.010 mg F。

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

5.8.3 仪器、设备

测氟蒸馏装置:见图 1。



1—水蒸气发生器(1 000 mL 烧瓶);2—安全管(φ5 mm);3—玻璃管(φ5 mm);4、13、14—橡皮塞;
5—三通管和螺丝夹;6—温度计(200℃);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

5.8.4 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 4~6 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(5.8.2.6)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(5.8.2.5)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(5.8.2.6)直到馏出液约为 200 mL,停止蒸馏,摇匀。用氢氧化钠溶液(5.8.2.6)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 茜素氨羧络合剂溶液和 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 mL 氟化物标准溶液置于 50 mL 比色管中,加入 25 mL 水,从“加入 5 mL 茜素氨羧络合剂”开始,与试验溶液同时同样处理。

5.9 灼烧减量的测定

5.9.1 分析步骤

称取 5.00 g 试样(精确至 0.01 g),置于在 800℃ 下质量恒定的瓷坩埚中,于 100℃ 下烘 4 h,再移入 800℃ 的马弗炉中灼烧 30 min,于干燥器中冷却至室温,称量。

5.9.2 分析结果的表述

以质量百分数表示的灼烧减量(X_3)按式(5)计算:

$$X_3 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中: m ——试样灼烧前的质量, g;

m_1 ——试样灼烧后的质量, g。

5.9.3 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,无水焦磷酸钠不大于

0.01%；十水合焦磷酸钠不大于 0.1%。

6 检验规则

6.1 本标准中规定的所有八项指标为型式检验项目，其中主含量、pH 值、正磷酸盐、砷、重金属、氟化物、灼烧减量为出厂检验项目，应逐批检验。在正常情况下，三个月至少进行一次型式检验。

6.2 每批产品不超过 10 t。

6.3 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，将采样器插入料层的 3/4 处采样。将所采的样品混匀后，按四分法缩分至约 500 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、类别、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。

6.4 食品添加剂 焦磷酸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。检验结果如有一项指标不符合本标准要求时，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复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。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 食品添加剂 焦磷酸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、类别、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。

7.2 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。

7.3 食品添加剂 焦磷酸钠采用两层包装。内包装采用聚乙烯薄膜袋，厚度为不小于 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，可由供需双方协商解决。

7.4 食品添加剂 焦磷酸钠的包装，薄膜袋用维尼龙绳或其质量相当的绳扎紧，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。

7.5 食品添加剂 焦磷酸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。

7.6 食品添加剂 焦磷酸钠应贮存在阴凉、干燥处，防止雨淋、受潮、日晒。不得与有毒有害物品混贮。防止污染。

附 录 A

(标准的附录)

三次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。
