

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 2919—2000

代替 HG2919—1980

食品添加剂磷酸二氢钠

Food additive monosodium phosphate

备案号：7478-2000

HG 2919-2000

前 言

本标准是等效采用美国《食品用化学品法典（FCC IV）》（1996）中《磷酸二氢钠》，对化工行业标准 HG2919—1980《食品添加剂 磷酸二氢钠》进行修订而成。

本标准与美国《食品用化学品法典》（1996）的主要差异：

- 增加了 pH 值指标；
- 磷酸二氢钠含量的测定增加了重量法；
- pH 值的测定采用仪器法；

本标准与 HG2919—1980 的主要差异：

- 取消了氯化物和硫酸盐指标，增加了干燥减量指标；
- 重金属含量指标由 0.002% 改为 0.001% ；
- 砷含量指标由 0.0005% 改为 0.0003%；
- 氟化物含量的测定采用氟离子选择电极法；
- 包装中增加了包装容量，改为 25kg，并增加了产品的保质期。

本标准自实施之日起，同时代替 HG 2919—1980 。

本标准由国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会和卫生部食品卫生监督检验所归口。

本标准起草单位：天津化工研究设计院、连云港市德邦精细化工有限公司。

本标准主要起草人：李光明、刘真。

本标准于 1980 年首次发布为国家标准 GB1908—1980。1997 年调整为化工行业标准，编号为 HG2919—1980。

本标准委托全国化学标准化技术委员会无机化工分会负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

HG 2919—2000

食品添加剂

代替 HG2919—1980

磷酸二氢钠

Food additive
Monosodium phosphate

1 范围

本标准规定了食品添加剂磷酸二氢钠的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于除砷的磷酸和碳酸钠为原料制得的磷酸二氢钠，该产品用于食品加工中作为乳化剂和品质改良剂。

分子式： NaH_2PO_4

相对分子质量：119.98（按 1997 年国际相对原子质量）

2 引用标准

下列标准包含的条文，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/T601—1988 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备

GB/T602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T6678—1986 化工产品采样总则

GB/T6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法（neq ISO 3696: 1987）

GB/T8450—1987 食品添加剂中砷的测定方法

GB/T8451—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 食品添加剂磷酸二氢钠应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	指 标
磷酸二氢钠(以 NaH_2PO_4 计)含量(以干基计), %	98.0~103.0
水不溶物含量, % \leq	0.2
砷(As)含量, % \leq	0.0003
重金属(以 Pb 计)含量, % \leq	0.001
氟化物(F)含量, % \leq	0.005
pH 值(10g/L 溶液) ^{1]}	4.4±0.2
干燥减量(NaH_2PO_4), % \leq	2.0
($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$), %	10.0~15.0
($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), %	20.0~25.0

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/T6682 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 规定制备。

安全提示: 试验中所用的部分试剂具有腐蚀性, 操作时应小心。如溅在皮肤上, 立即用水清洗。

4.1 鉴别

4.1.1 试剂和材料

4.1.1.1 盐酸

4.1.1.2 冰醋酸

4.1.1.3 氨水溶液: 2+3。

4.1.1.5 铂丝环。

4.1.2 鉴别方法

4.1.2.1 磷酸根的鉴别

称量 0.1g 试样, 溶于 10mL 水中, 加 1mL 硝酸银溶液, 生成黄色沉淀, 此沉淀溶于氨水溶液, 不溶于冰醋酸。

4.1.2.2 钠离子鉴别

称量 1g 试样, 加 20mL 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, 火焰应呈现黄色。

4.2 磷酸二氢钠含量的测定

4.2.1 重量法(仲裁法)^{2]}

4.2.1.1 方法提要

在酸性介质中, 试验溶液中的磷酸根全部与加入的喹钼柠酮形成磷钼酸喹啉沉淀, 过滤、干燥、称量, 计算出磷酸二氢钠含量。

4.2.1.2 试剂和材料

4.2.1.2.1 硝酸溶液: 1+1。

采用说明:

1] 此项指标增设。

2] 此项方法增设。

4.2.1.2.2 喹钼柠酮溶液。

制备：

- 1) 称取 70g 钼酸钠溶解于 100mL 水中，此溶液为溶液 A ；
- 2) 称取 60g 柠檬酸溶解于 150mL 水中和 85mL 硝酸中，此溶液为溶液 B ；
- 3) 在搅拌下将溶液 A 倒入溶液 B 中，此溶液为溶液 C ；
- 4) 在 100 水中加入 35mL 硝酸和 5mL 喹啉，此溶液为溶液 D ；
- 5) 将溶液 D 倒入溶液 C 中，放置 12h 后，用玻璃砂坩埚过滤，再加入 280mL 丙酮，用水稀释至 1000mL，混匀。并贮存于聚乙烯瓶中。

4.2.1.3 仪器、设备

4.2.1.3.1 玻璃砂坩埚：孔径为 $5\sim 15\mu\text{m}$ 。

4.2.1.3.2 电烘箱：温度能控制在 $(180\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 。

4.2.1.4 分析步骤

a) 试验溶液的制备

称取在 105°C 干燥 4h 恒重后的试样约 1.5g（精确至 0.0002g），置于 100mL 烧杯中，加入 50mL 水溶解，移入 250mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

b) 空白溶液的制备

除不加试样外。其他加入的试剂量与试验溶液的制备完全相同，并与试样同时进行同样处理。

c) 测定

用移液管移取 10mL 试验溶液和空白溶液分别置于 250mL 烧杯中，加入 10mL 硝酸溶液，加水至总体积约 100mL，加热煮沸。5min 后，加入 50mL 喹钼柠酮溶液，盖上表面皿，在水浴中加热至烧杯内的物质达到 $(75\pm 5)^{\circ}\text{C}$ ，保温 30s（在加入试剂和加热过程中，不得使用明火，不得搅拌，以免凝结成块）冷却。在冷却过程中搅拌 3~4 次，用预先在 $(180\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 烘干至恒重的玻璃砂坩埚抽滤。先将上层清液过滤，以倾泄法用洗瓶冲洗沉淀 6 次，每次用水约 30mL，最后将沉淀移入玻璃砂坩埚中过滤，再用水洗涤沉淀 4 次，将玻璃砂坩埚连同沉淀置于电烘箱中从温度稳定时计时，在 180°C 下干燥 45min，取出稍冷后，置于干燥器中冷却至室温，称量。

4.2.1.5 分析结果表述

以质量百分数表示的磷酸二氢钠（以 NaH_2PO_4 计）含量（ X_I ）按式（1）计算：

$$X_I = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.05422}{m \times \frac{10}{250}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_1 — 试验溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的质量，g ；

m_2 — 空白溶液中生成磷钼酸喹啉沉淀的质量，g ；

m — 试样的质量，g ；

0.054 22—磷钼酸喹啉换算成磷酸二氢钠的系数。

4.2.1.6 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% 。

4.2.2 酸碱滴定法

4.2.2.1 方法提要

以酚酞为指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定磷酸根，确定磷酸二氢钠的含量。

4.2.2.2 试剂和材料

4.2.2.2.1 氯化钠。

4.2.2.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液：c(NaOH) 约 0.1mol/L。

4.2.2.2.3 酚酞指示液：10g/L。

4.2.2.3 分析步骤

称取在 105℃干燥 4h 恒重后的试样 0.27g (精确至 0.0002g)，置于 250mL 锥形瓶中，加 30mL 水溶解，加 2~3 滴酚酞指示液和 1g 氯化钠，充分摇匀溶解，保持在 15℃左右，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至粉红色为终点。

4.2.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的磷酸二氢钠 (NaH₂PO₄ 计) 含量 (X₂) 按式 (2) 计算：

$$X_2 = \frac{cV \times 0.1200}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：c — 氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度 mol/L；

V — 滴定试样溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；

m — 试样的质量，g；

0.1200 — 与 1.00mL 氢氧化钠标准滴定溶液 (c(HaOH)=1.000mol/L) 相当的以克表示的磷酸二氢钠的质量。

4.2.2.5 允许差

取平行测定结果的算术值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

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：5~15 μm。

4.3.2.2 电烘箱：控制温度 105~110℃。

4.3.3 分析步骤

称量 30g 试样 (精确至 0.01g)，置于 400mL 烧杯中，加 200mL 水并加热煮沸，趁热用预先在 105℃恒重的玻璃砂坩埚抽滤，用 200mL 热水分 10 次洗涤残渣。将玻璃砂坩埚连同水不溶物置于 105℃烘箱中烘至恒重。

4.3.4 分析结果表述

以质量百分数表示的水不溶物含量 (X₃) 按式 (3) 计算：

$$X_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：m₂ — 残渣和玻璃砂坩埚的质量，g；

m₁ — 玻璃砂坩埚的质量，g；

m — 试样的质量，g。

4.3.5 允许差

取平行测定结果的算术值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

4.4 砷含量的测定

称取 (1.00 ± 0.01) g 试样, 置于 100mL 烧杯中, 加 20mL 水和 (1+1) 盐酸溶液 10mL, 加热溶解后, 全部转移至测砷瓶中, 加水至总体积约 40mL, 按 GB/T 8450—1987 的 2.4 规定操作。

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

4.5 重金属含量的测定

称取 (5.00 ± 0.01) g 试样, 置于 100mL 烧杯中, 加 80mL 水, 加热溶解后移至 100mL 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 20mL 溶液, 用移液管移取 20mL 试验溶液置于 50mL 比色管中。加一滴 10g/L 酚酞指示液, 用 40g/L 氢氧化钠溶液调节至溶液呈中性, 加水至总体积约 30mL, 按 GB/T8451—1987 的第 6 章操作。

标准比色溶液是用移液管移取 1mL 铅标准溶液 (1mL 溶液含有 $10 \mu\text{g Pb}$), 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

试样溶解后, 在 pH 值 5.5~6.0 的酸性介质中, 以饱和甘汞电极为参比电极, 以氟离子选择电极为测量电极, 用工作曲线法测定氟含量。

4.6.2 试剂和材料

4.6.2.1 盐酸溶液: 1+4。

4.6.2.2 硝酸溶液: 1+15。

4.6.2.3 氢氧化钠溶液: 100g/L。

4.6.2.4 缓冲溶液: 将 270g 二水柠檬酸钠 ($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 和 24g 柠檬酸 ($\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) 溶于 800mL 水中, 然后用水稀释到 1000mL。

4.6.2.5 溴甲酚绿指示液: 1g/L。

4.6.2.6 氟化物标准溶液: 1mL 含有 1.00mg F。

4.6.2.7 氟化物标准溶液: 1mL 含有 0.010mg F。

用 1mL 移液管移取 1mL 氟化物标准溶液 (4.6.2.6) 置于 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液用时配制。

4.6.3 仪器、设备

4.6.3.1 氟离子选择电极。

4.6.3.2 饱和甘汞电极。

4.6.3.3 电位计。

4.6.3.4 电磁搅拌器。

4.6.4 分析步骤

用移液管移取氟化物标准溶液 (4.6.2.7) 1.00mL、2.00mL、3.00mL、5.00mL、7.00mL, 分别置于五个 50mL 容量瓶中, 加 1mL 盐酸溶液、5 滴缓冲溶液、2 滴溴甲酚绿指示液。用氢氧化钠溶液调节溶液为蓝色, 再用硝酸溶液调节为黄色, 加 20mL 缓冲溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀。将溶液倒入清洁干燥的 50mL 烧杯中, 置于电磁搅拌器上, 放入搅拌子, 插入氟离子选择电极和饱和甘汞电极, 开启搅拌器, 记录平衡时电位值。以氟离子含量的对数值为横坐标, 相应的电位值为纵坐标, 绘制工作曲线。

4.6.4.2 测定

称取 1g 试样 (精确至 0.0002g), 置于 50mL 容量瓶中, 加 10mL 水, 以下操作按 4.6.4.1 中自 “加 1mL 盐酸溶液……” 至 “记录平衡时电位值”。从标准

曲线上查出相应的氟离子含量。

4.6.5 分析结果的表示和计算

以质量百分数的氟化物含量 (X_4) 按式 (4) 计算:

$$X_4 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: m_1 — 从工作曲线上查出相应的氟离子的对数值, 求反对数得到的氟离子质量, mg ;

m — 试样的质量, g 。

4.6.6 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 0.0005% 。

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, 其电位与溶液与 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 0.02pH 单位。

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

4.7.2.3 饱和甘汞电极。

4.7.3 分析步骤

称取 (1.00±0.01) g 试样, 置于 100mL 容量瓶中, 用水溶解并稀释至刻度, 摇匀。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 0.02pH 单位。

4.8 干燥减量

4.8.1 仪器、设备

电烘箱: 温度控制在 (120±5) °C 。

4.8.2 分析步骤

称量 (5.0±0.01) g 试样, 放在已恒重的称量瓶中, 置于电烘箱中, 温度控制在 120°C, 烘至恒重。

4.8.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的干燥量 (X_5) 按式 (5) 计算:

$$X_5 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中: m_1 — 干燥后试样的质量, g ;

m — 试样的质量, g 。

4.8.4 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 0.5% 。

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目。

5.2 每批产品不超过 5t 。

5.3 按 GB/T 6678 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,将采样器从每个选取的包装袋的上方斜插至料层深度的 3/4 处,取出不少于 50g 的样品,将所采的样品混匀后,按四分法缩分至约 200g,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 食品添加剂磷酸二氢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。

5.5 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的食品添加剂磷酸二氢钠进行验收,验收应在货到之日起的一个月内进行。

5.6 检验结果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。

6 标志、标签

6.1 食品添加剂磷酸二氢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、保质期、生产许可证号和本标准编号。

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、批号或生产日期、保质期、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 包装、运输、贮存

7.1 食品添加剂磷酸二氢钠内包装采用食品级聚乙烯薄膜袋,外包装采用塑料编织包装袋。每袋净含量 25kg。用户对包装有特殊要求时,可供需协商。

7.2 食品添加剂磷酸二氢钠的包装,薄膜袋用维尼龙绳或与其质量相当的绳两次扎紧,或用与其相当的方式封口;外袋在距袋边小于 30mm 处折边,在距袋边不小于 15mm 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。

7.3 食品添加剂磷酸二氢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。

7.4 食品添加剂磷酸二氢钠应贮存在干燥库房中,防止雨淋、受潮、日晒。不得与有毒有害物品混贮。防止污染。

7.5 食品添加剂磷酸二氢钠在符合贮存和运输条件下,保质期为两年。逾期重新检验是否符合本标准的要求,合格后可继续使用。

