

备案号:3720—1999

HG 2927—1999

前 言

本标准是等效采用日本食品添加物公定书第六版(1992)[JSFA-VI(1992)]《磷酸二氢钙》对化工行业标准 HG 2927—1989《食品添加剂 磷酸二氢钙》修订而成。

本标准与 JSFA-VI《磷酸二氢钙》的主要技术差异为:

——在 JSFA-VI 中磷酸二氢钙含量以 $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ 计,本标准磷酸二氢钙含量以 Ca 计。

——根据我国对食品添加剂中有毒有害杂质必须进行监控的要求,增加了氟化物含量指标,测定方法采用硝酸镧-蒸馏比色法。

——砷和重金属含量的测定采用我国食品添加剂通用试验方法。

本标准与 HG 2927—1989 的主要技术差异为:

——等效采用 JSFA-VI《磷酸二氢钙》,增设了澄清度、碳酸盐、游离酸及其副盐。

——水分测定改为加热减量法,测定条件规定为 180°C 下干燥 3 h,指标参数进行了相应的调整。

本标准自实施之日起,同时代替 HG 2927—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。

本标准由化学工业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。

本标准主要起草人:陆思伟、潘杭军。

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 磷酸二氢钙

HG 2927—1999

代替 HG 2927—1989

Food additive—
Calcium phosphate monobasic

1 范围

本标准规定了食品添加剂 磷酸二氢钙的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于以钙盐及热法磷酸为原料而制得的食品添加剂 磷酸二氢钙,该产品在食品加工中作为钙质的补充剂和疏松剂。

分子式: $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$

相对分子质量: 252.07(按 1995 年相对原子质量)

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:本品为无色三斜结晶或白色粉末。

3.2 食品添加剂 磷酸二氢钙应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	指 标
磷酸二氢钙(以 Ca 计)含量/%	15.2~17.0
砷(As)含量/%	≤ 0.000 3
重金属(以 Pb 计)含量/%	≤ 0.002
氟化物(以 F 计)含量 ¹⁾ /%	≤ 0.002 5

采用说明:

1) JSFA-VI(1992)中未设此项。

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
加热减量/%	≤ 17.0
澄清度	通过试验
碳酸盐	通过试验
游离酸及其副盐	通过试验

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。

4.1 鉴别试验

4.1.1 试剂和材料

4.1.1.1 硝酸银溶液:20 g/L。

4.1.1.2 草酸铵溶液:33 g/L。

4.1.2 鉴别方法

4.1.2.1 取少量试样于表面皿上,用硝酸银溶液润湿时,显黄色。

4.1.2.2 称取约 0.1 g 试样,加 20 mL 水摇匀后过滤,滤液中加 5 mL 草酸铵溶液,产生白色沉淀。

4.2 磷酸二氢钙含量的测定

4.2.1 方法提要

在试验溶液中,加入过量的乙二胺四乙酸二钠标准溶液,与 Ca 离子络合,以铬黑 T-氯化钠为指示剂,用锌标准滴定溶液滴定过量的乙二胺四乙酸二钠标准溶液。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 盐酸溶液:1+1。

4.2.2.2 氨-氯化铵缓冲溶液:pH≈10。

4.2.2.3 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液:c(EDTA)约为 0.02 mol/L。

4.2.2.4 乙酸锌标准滴定溶液:c[Zn(CH₃COO)₂·H₂O]约为 0.02 mol/L。

配制:称取 4.43 g 乙酸锌,加 20 mL 水及(1+19)乙酸溶液 2 mL,溶解并加水至 1 000 mL,摇匀。

标定:用移液管移取 25 mL 配制的乙酸锌标准滴定溶液,置于 250 mL 容量瓶中,加 2 mL 氨-氯化铵缓冲溶液及 75 mL 水,加 0.025 g 铬黑 T-氯化钠指示剂,用 0.02 mol/L 的 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液呈蓝色,并保持 30 s 不褪色即为终点。

4.2.2.5 铬黑 T-氯化钠指示剂。

称取 0.5 g 铬黑 T,加 10 g 氯化钠研细并混匀。

4.2.3 分析步骤

4.2.3.1 试验溶液的制备

称取约 0.8 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 烧杯中,用少量水润湿,加 8 mL 盐酸溶液使试样全部溶解,必要时干过滤。移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.2.3.2 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液。置于 500 mL 锥形瓶中,再用另一移液管移入 30 mL EDTA 标准滴定溶液,加 50 mL 水、10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液,摇匀,放置 5 min。加 0.025 g 铬黑 T-氯化钠指示剂,用乙酸锌标准滴定溶液滴定至溶液由蓝色变为蓝紫色,30 s 内紫色不褪即为终点。

4.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的磷酸二氢钙(以 Ca 计)含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(V_1c_1 - V_2c_2) \times 0.04008}{m \times \frac{25}{250}} \times 100 = \frac{40.08(V_1c_1 - V_2c_2)}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中: c_1 ——EDTA 标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

c_2 ——乙酸锌标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_1 ——加入 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

V_2 ——滴定中所消耗的乙酸锌标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样的质量, g;

0.04008——与 1.00 mL 乙酸锌标准滴定溶液 $\{c[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}] = 1.000 \text{ mol/L}\}$ 相当的以克表示的磷酸二氢钙(以 Ca 计)的质量。

4.2.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定的绝对差值不大于 0.2%。

4.3 砷含量的测定

称取约 0.5 g 试样(精确至 0.01 g), 置于 GB/T 8450—1987 中 2.4 规定的测砷瓶中, 加少量水润湿, 加 6 mL 盐酸, 待试样溶解后, 加水至总体积约 40 mL, 摇匀。以下按 GB/T 8450—1987 的 2.4 规定操作。

标准是用移液管移取 1.5 mL(1 mL 溶液含有 1 μg As) 砷标准溶液, 与试样同时同样处理。

4.4 重金属含量的测定

称取约 1 g 试样(精确至 0.01 g), 置于 50 mL 烧杯中, 加 5 mL 水及(1+4)盐酸溶液 5 mL, 加热溶解, 冷却后用(1+2.5)氨水溶液调节至溶液出现沉淀, 再用盐酸溶液调至沉淀刚溶解, 必要时干过滤。全部转移至 50 mL 比色管中。以下按 GB/T 8451—1987 的第 6 章操作。

标准比色溶液是用移液管移取 2 mL(1 mL 溶液含有 10 μg Pb) 铅标准溶液, 与试样同时同样处理。

4.5 氟化物含量的测定

4.5.1 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。

4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 高氯酸。

4.5.2.2 丙酮。

4.5.2.3 硝酸银溶液: 17 g/L。

4.5.2.4 酚酞指示液: 10 g/L。

4.5.2.5 氢氧化钠溶液: 40 g/L。

4.5.2.6 氢氧化钠溶液: 4 g/L。

4.5.2.7 盐酸溶液: 1+10。

4.5.2.8 茜素氨羧络合剂。

称取 0.193 g 茜素氨羧络合剂, 加少量水及氢氧化钠溶液(4.5.2.5)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。

4.5.2.9 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。

4.5.2.10 缓冲溶液。

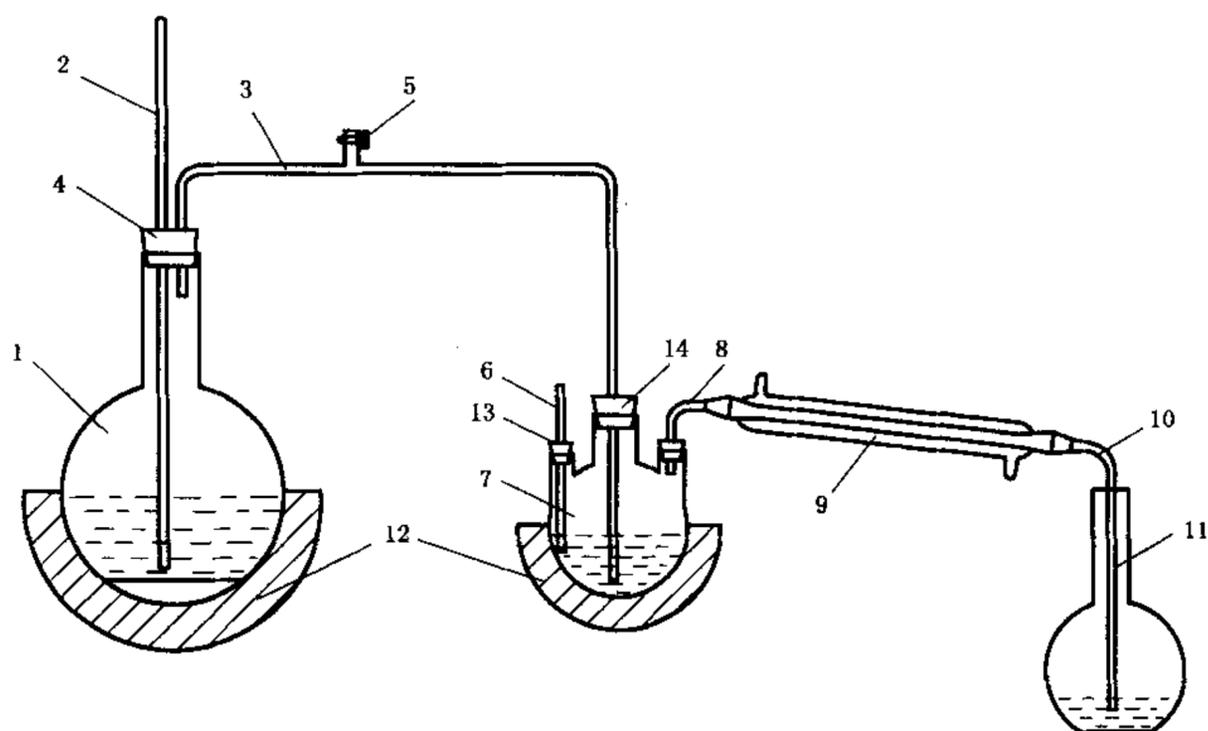
称取 44 g 乙酸钠溶于 400 mL 水中,加 22 mL 冰乙酸,再滴加冰乙酸调至溶液 pH 值为 4.7(用精密 pH 试纸检验),移入 500 mL 容量瓶中,然后加水稀释至刻度。

4.5.2.11 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。

4.5.3 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($\phi 5$ 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°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

4.5.4 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(4.5.2.6)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(4.5.2.5)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 $135^{\circ}\text{C}\sim 140^{\circ}\text{C}$ 之间。如果容量瓶中溶液褪色,补加适量的氢氧化钠溶液(4.5.2.6)直到馏出液约为 200 mL,停止蒸馏,摇匀。用氢氧化钠溶液(4.5.2.6)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 0.5 mL 氟化物标准溶液置于三口烧瓶中,与试验溶液同时同样处理。

4.6 加热减量的测定

4.6.1 方法提要

试样经加热干燥、冷却、称量后,确定其含量。

4.6.2 分析步骤

称取 1 g~2 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于预先在 180℃ 下烘至质量恒定的称量瓶中,于 180℃ 下的电热干燥箱中,加热 3 h。置于干燥器中冷却至室温,称量。

4.6.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的加热减量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: m ——试样加热前的质量, g;

m_1 ——试样加热后的质量, g。

4.6.4 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定的绝对差值不大于 0.1%。

4.7 澄清度的试验

4.7.1 方法提要

将试样用盐酸溶解后,观察溶液的澄清度。

4.7.2 试剂和材料

4.7.2.1 盐酸。

4.7.2.2 硝酸溶液:1+2。

4.7.2.3 硝酸银溶液:20 g/L。

4.7.2.4 氯化物标准溶液:1 mL 溶液含有 0.01 mg Cl。

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

4.7.3 分析步骤

称取 2.0 g 试样,置于 50 mL 烧杯中,加 18 mL 水及 2 mL 盐酸,在沸水浴中加热 5 min 溶解。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是用移液管移取 1.2 mL 的氯化物标准溶液,置于比色管中,加水至 20 mL,加 1 mL 硝酸溶液,加 1 mL 硝酸银溶液,摇匀。在暗处放置 15 min。

4.8 碳酸盐的试验

4.8.1 方法提要

试样加水煮沸后,滴加盐酸,观察其是否有气泡产生。

4.8.2 试剂和材料

盐酸。

4.8.3 分析步骤

称取 2.0 g 试样,置于 50 mL 锥形瓶中,加 6 mL 水煮沸,冷却后滴加 2 mL 盐酸,试验溶液不应有气泡产生。

4.9 游离酸及其副盐的试验

4.9.1 方法提要

将试样加水研混,其溶液以甲基橙为指示液,滴加氢氧化钠溶液,观察溶液颜色的变化。

4.9.2 试剂和材料

4.9.2.1 氢氧化钠标准溶液: $c(\text{NaOH})$ 约 1 mol/L。

4.9.2.2 甲基橙指示液:1 g/L。

4.9.3 分析步骤

称取 1.0 g 试样,置于研钵中加 3 mL 水研混,移入 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水摇混,加 1 滴甲基橙指示液,滴加 1.0 mL 氢氧化钠溶液,试验溶液应呈黄色。

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有八项指标均为型式检验项目,其中磷酸二氢钙、砷、重金属、氟化物、干燥减量五项指标为出厂检验项目,应逐批检验。在正常生产情况下,每三个月至少进行一次型式检验。

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 磷酸二氢钙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重新检验,检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 磷酸二氢钙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 190 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 磷酸二氢钙采用双层包装。内包装采用食品用聚乙烯薄膜袋,厚度不小于 0.06 mm;外包装采用塑料编织袋。每袋净含量 25 kg,或根据用户要求包装。

6.4 食品添加剂 磷酸二氢钙的包装,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 磷酸二氢钙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 磷酸二氢钙应贮存在阴凉、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。

6.7 在符合本标准包装、运输和贮存的条件下,产品自生产之日起保存期为二年。逾期应重新检验是否符合本标准的要求,合格者可继续使用。