中华人民共和国国家标准

GB 1886.15—2015

食品安全国家标准
食品添加剂　磷酸

2015-09-22 发布　　2016-03-22 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会　发布

前　　言

本标准代替 GB 3149—2004《食品添加剂　磷酸》。

本标准与 GB 3149—2004 相比，主要变化如下：

——标准名称修改为“食品安全国家标准　食品添加剂　磷酸”。

食品安全国家标准
食品添加剂　磷酸

1　范围

本标准适用于热法生产的食品添加剂磷酸。

2　分子式和相对分子质量

2.1　分子式

H_3PO_4

2.2　相对分子质量

97.99(按 2007 年国际相对原子质量)

3　技术要求

3.1　感官要求

感官要求应符合表 1 的规定。

表 1　感官要求

项　　目	要　　求	检验方法
色泽	无色透明或略带浅色	取适量试样,置于清洁、干燥的比色管中,在自然光线下,目视观察其色泽和状态
状态	稠状液体	

3.2　理化指标

理化指标应符合表 2 的规定。

表 2　理化指标

项　　目	指　　标	检验方法
磷酸(H_3PO_4)含量,w/%	75.0～86.0	附录 A 中 A.4
氟化物(以 F 计) /(mg/kg)　≤	10	附录 A 中 A.5
易氧化物(以 H_3PO_3 计),w/%　≤	0.012	附录 A 中 A.6
砷(As)/(mg/kg)　≤	0.5	附录 A 中 A.7
重金属(以 Pb 计) /(mg/kg)　≤	5.0	附录 A 中 A.8

附 录 A
检验方法

A.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性、腐蚀性及易燃，操作者应小心谨慎。如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。使用易燃品时，严禁使用明火加热。

A.2 一般规定

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 规定的三级水。试验中所用标准溶液、杂质测定用标准溶液、制剂和制品，在没有注明其他要求时均按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时，均指水溶液。

A.3 鉴别试验

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 氢氧化钠溶液：40 g/L。

A.3.1.2 硝酸银溶液：10 g/L。

A.3.1.3 酚酞指示液：10 g/L。

A.3.2 鉴别方法

称取约 1 g 试样，置于 100 mL 烧杯中，加 10 mL 水、滴酚酞指示液，用氢氧化钠溶液调至中性，滴加硝酸银溶液，有黄色沉淀生成，该沉淀能溶于稀硝酸(5%)或氨水。

A.4 磷酸(H_3PO_4)含量的测定

A.4.1 重量法(仲裁法)

A.4.1.1 方法提要

在盐酸介质中试样与加入的喹钼柠酮沉淀剂生成磷钼酸喹啉沉淀，经过滤、洗涤、烘干及称重后，确定磷酸含量。

A.4.1.2 试剂和材料

A.4.1.2.1 盐酸。

A.4.1.2.2 喹钼柠酮溶液的配制：

a) 称取 70 g 钼酸钠溶解于 150 mL 水中，此溶液为溶液 A；

b) 称取 60 g 柠檬酸溶解于 150 mL 水和 85 mL 硝酸的混合溶液中，此溶液为溶液 B；

c) 在搅拌下将溶液 A 倒入溶液 B 中，此溶液为溶液 C；

d) 在 100 mL 水中加入 35 mL 硝酸，再加入 5 mL 喹啉，此溶液为溶液 D；

e) 将溶液 D 倒入溶液 C 中，混匀。放置 12 h 后，用玻璃砂坩埚过滤，再加入 280 mL 丙酮，用水稀释至 1 000 mL 混匀，贮存于聚乙烯瓶中。

A.4.1.3 仪器和设备

A.4.1.3.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径 5 μm～15 μm。

A.4.1.3.2 电烘箱：温度能控制在 180 ℃±5 ℃或 250 ℃±10 ℃。

A.4.1.4 分析步骤

A.4.1.4.1 试验溶液的制备

称取约 1 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 100 mL 烧杯中，加 5 mL 盐酸及适量的水，盖上表面皿，煮沸 10 min，冷却后移入 500 mL 容量瓶中，加 10 mL 盐酸，用水稀释至刻度，摇匀。

A.4.1.4.2 空白试验溶液的制备

在制备试验溶液的同时，除不加试样外，其他操作和加入的试剂量同 A.4.1.4.1 处理。

A.4.1.4.3 测定

用移液管移取 10 mL 试验溶液、空白试验溶液分别置于 250 mL 烧杯中，加水至总体积约 100 mL，加 50 mL 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 75 ℃±5 ℃，保温 30 s(在加试剂和加热过程中不应使用明火，不应搅拌，以免凝结成块)。取出并冷却至室温，冷却过程中搅拌 3 次～4 次，用预先在 180 ℃±5 ℃或 250 ℃±10 ℃下恒重过的玻璃砂坩埚过滤，先将上层清液过滤，以倾泻法用洗瓶冲洗沉淀 6 次，每次用水约 30 mL，最后将沉淀移入玻璃砂坩埚内过滤。再用水洗涤 4 次，将玻璃砂坩埚连同沉淀置于电烘箱中，从温度稳定时开始计时，温度控制在 180 ℃±5 ℃，放置 45 min，或 250 ℃±10 ℃放置 15 min，取出，置于干燥器中冷却至室温，称重。

A.4.1.5 结果计算

磷酸 (H_3PO_4)含量的质量分数 w_1，按式(A.1)计算：

$$w_1 = \frac{0.044\ 28 \times (m_1 - m_2)}{m \times \frac{10}{500}} \times 100\% \qquad \cdots\cdots(A.1)$$

式中：

0.044 28——将磷钼酸喹啉换算成磷酸的系数；

m_1 ——测定试验溶液的沉淀质量，单位为克(g)；

m_2 ——测定空白试验溶液的沉淀质量，单位为克(g)；

m ——试样的质量，单位为克(g)；

10 ——用移液管移取的试验溶液的体积，单位为毫升(mL)；

500 ——制备的试验溶液的体积，单位为毫升(mL)。

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%。

A.4.2 容量法

A.4.2.1 方法提要

根据磷酸性质，以百里香酚酞为指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液直接滴定，以确定磷酸含量。

A.4.2.2 试剂和材料

A.4.2.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液：$c(NaOH)=1$ mol/L。

A.4.2.2.2 百里香酚酞指示液：1 g/L。

A.4.2.3 分析步骤

称取约 1.5 g 试样，精确至 0.000 2 g，移入 250 mL 锥形瓶中，加 120 mL 水和 5 滴百里香酚酞指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至浅蓝色即为终点。

A.4.2.4 结果计算

磷酸（H_3PO_4）含量的质量分数 w_1，按式(A.2)计算：

$$w_1=\frac{\frac{V}{1\ 000}\times c\times M}{m}\times 100\% \qquad \cdots\cdots(A.2)$$

式中：

V ——滴定所消耗氢氧化钠标准滴定溶液(A.4.2.2.1)的体积，单位为毫升(mL)；

1 000 ——毫升和升的单位转换系数；

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

M ——磷酸的摩尔质量的$\frac{1}{2}$，单位为克每摩尔(g/mol)，[$M(\frac{1}{2}H_3PO_4)=49.00$]；

m ——试样的质量，单位为克(g)。

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%。

A.5 氟化物(以 F 计)的测定

A.5.1 方法提要

在中性条件下，以饱和甘汞电极为参比电极，用氟离子选择性电极直接测量溶液的电极电位，采用标准曲线法测定氟含量。

A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 盐酸溶液：1+1。

A.5.2.2 硝酸溶液：1+15。

A.5.2.3 氢氧化钠溶液：200 g/L。

A.5.2.4 柠檬酸-柠檬酸三钠缓冲溶液：pH=5.5～6。称取 270 g 柠檬酸三钠($Na_3C_6H_5O_7\cdot 2H_2O$)和 24 g 柠檬酸($C_6H_6O_7\cdot H_2O$)用水溶解，稀释至 1 000 mL，混匀。

A.5.2.5 溴甲酚绿指示液：1 g/L。

A.5.2.6 氟化物标准溶液：1 mL 含氟(F)2 μg。临用时配制。用移液管移取 2 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。

A.5.3 仪器和设备

A.5.3.1 氟离子选择性电极。

A.5.3.2 饱和甘汞电极。

A.5.3.3 电位计：精度为 2 mV/格。

A.5.3.4 电磁搅拌器。

A.5.4 分析步骤

A.5.4.1 工作曲线的绘制

用移液管移取 0.00 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL、10.00 mL 氟化物标准溶液，分别置于 50 mL 容量瓶中，加入 1 mL 盐酸溶液、5 滴柠檬酸-柠檬酸三钠缓冲溶液和 2 滴溴甲酚绿指示液，用氢氧化钠溶液调至溶液为蓝色，再用硝酸溶液调至溶液恰成黄色，加 20 mL 柠檬酸-柠檬酸三钠缓冲溶液，用水稀释至刻度，混匀。将溶液倒入 50 mL 干燥的烧杯中，置于电磁搅拌器上，插入氟离子选择性电极和饱和甘汞电极，连接电位计，搅拌片刻，调整电位计零点后，进行测量，记录平衡时的电位值。以氟化物(以 F 计)质量的数值的对数值为横坐标，相应的电位值为纵坐标，绘制标准曲线。

A.5.4.2 试验溶液的制备

称取约 10 g 试样，精确至 0.01 g，置于 100 mL 烧杯中，用少量水稀释，用氢氧化钠溶液调至中性，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A.5.4.3 测定

用移液管移取 10 mL 试验溶液，置于 50 mL 容量瓶中，加入 1 mL 盐酸溶液、5 滴柠檬酸-柠檬酸三钠缓冲溶液和 2 滴溴甲酚绿指示液，用氢氧化钠溶液调至溶液为蓝色，再用硝酸溶液调至溶液恰呈黄色，加 20 mL 柠檬酸-柠檬酸三钠缓冲溶液，用水稀释至刻度，混匀。将溶液倒入 50 mL 干燥的烧杯中，置于电磁搅拌器上，插入氟离子选择性电极和饱和甘汞电极，连接电位计，搅拌片刻，调整电位计零点后，进行测量，记录平衡时的电位值。从标准曲线上查出相应的氟化物(以 F 计)质量的数值的对数，查反对数得到氟化物(以 F 计)质量的数值。

A.5.5 结果计算

氟化物 (以 F 计)的质量分数 w_2，单位为毫克每千克(mg/kg)，按式(A.3)计算：

$$w_2 = \frac{\dfrac{m_1}{10^6}}{m \times \dfrac{10}{100}} \times 100 \qquad \cdots\cdots(A.3)$$

式中：

m_1 ——试验溶液中氟化物(以 F 计)的质量，单位为微克(μg)；

10^6 ——微克和克的单位转换系数；

m ——试样的质量，单位为克(g)；

10 ——用移液管移取的试验溶液的体积，单位为毫升(mL)；

100 ——制备的试验溶液的体积，单位为毫升(mL)。

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 0.000 5%。

A.6 易氧化物(以 H_3PO_3 计)的测定

A.6.1 方法提要

在过量酸性硫酸铈标准滴定溶液中，与试样中的易氧化物反应，过量硫酸铈标准滴定溶液用硫酸亚

铁铵标准滴定溶液滴定。

A.6.2 试剂和材料

A.6.2.1 硫酸溶液：1+2。

A.6.2.2 硫酸银溶液(10 g/L)：称取 1 g 硫酸银，加 50 mL 硫酸溶液(1+2)溶解，用水稀释至 100 mL，摇匀。

A.6.2.3 硫酸铈标准滴定溶液：$c[Ce(SO_4)_2]=0.1$ mol/L。

A.6.2.4 硫酸亚铁铵标准滴定溶液：$c[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2]=0.1$ mol/L。

A.6.2.5 1,10-菲啰啉-亚铁指示液。

A.6.3 分析步骤

在 250 mL 锥形瓶中，加入 40 mL 硫酸溶液，用移液管移取 10.00 mL 硫酸铈标准滴定溶液，再加入 10 mL 硫酸银溶液，摇匀。滴加 10 g(约 6 mL)试样，加 40 mL 水，煮沸 15 min，冷却。用水稀释至原体积，加 2 滴 1,10-菲啰啉-亚铁指示液，用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至溶液呈红色。同时做空白试验。

A.6.4 结果计算

易氧化物(以 H_3PO_3 计)的质量分数 w_3，按式(A.4)计算：

$$w_3=\frac{\frac{V_1-V_2}{1\,000}\times c\times M}{m}\times 100\% \qquad \cdots\cdots(A.4)$$

式中：

V_1 ——空白试验时消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液(A.6.2.4)的体积，单位为毫升(mL)；

V_2 ——滴定时消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液(A.6.2.4)的体积，单位为毫升(mL)；

1 000——毫升和升的单位转换系数；

c ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

M ——亚磷酸的摩尔质量的$\frac{1}{2}$，单位为克每摩尔(g/mol)，$[M(\frac{1}{2}H_3PO_3)=41.00]$；

m ——试样的质量，单位为克(g)。

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 0.000 5%。

A.7 砷(As)的测定

A.7.1 二乙基二硫代氨基甲酸银法(仲裁法)

A.7.1.1 方法提要

在硫酸介质中，用金属锌将砷还原为砷化氢气体，以二乙基二硫代氨基甲酸银-吡啶溶液吸收，对生成的紫红色胶体银溶液作吸光度测定。

A.7.1.2 试剂和材料

A.7.1.2.1 无砷锌粒。

A.7.1.2.2 硫酸溶液：1+4。

A.7.1.2.3　碘化钾溶液：150 g/L。

A.7.1.2.4　氯化亚锡溶液：400 g/L。

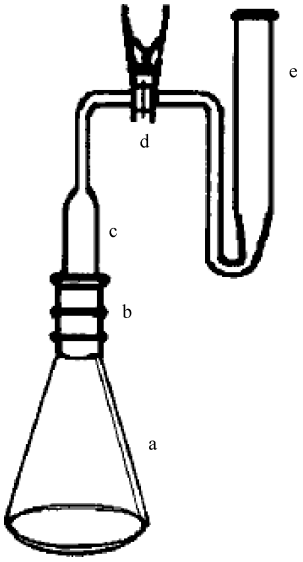
A.7.1.2.5　二乙基二硫代氨基甲酸银-吡啶溶液：称取 0.5 g 二乙基二硫代氨基甲酸银，溶于 100 mL 吡啶，置于棕色瓶避光。

A.7.1.2.6　砷标准溶液：1 mL 含砷(As)1 μg，临用时配制。用移液管移取 1 mL 按 GB/T 602 中规定的砷标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A.7.1.2.7　乙酸铅棉花。

A.7.1.3　仪器和设备

A.7.1.3.1　测砷装置(见图 A.1)。



说明：

a——砷化氢发生瓶；

b——标准接口；

c——气体洗涤管；

d——球穴接头；

e——吸收管。

图 A.1　测砷装置

A.7.1.3.2　分光光度计：带有 1 cm 比色池。

A.7.1.4　分析步骤

A.7.1.4.1　工作曲线的绘制

用移液管移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 砷标准溶液，分别置于 6 个砷发生瓶中，加水至 40 mL，加 20 mL 硫酸溶液，混匀。加入 2 mL 碘化钾溶液、2 mL 氯化亚锡溶液，摇匀。放置 15 min。将装有乙酸铅棉花的吸收管中加入 3 mL 二乙基二硫代氨基甲酸银-吡啶溶液，在砷发生瓶中加入 3 g 无砷金属锌粒，立即将吸收管与砷发生瓶联接。待反应完全后(常温下约 45 min)，将吸收管内的吸收液在 540 nm 处，用 1 cm 比色池测定吸光度。由每个砷标准溶液的吸光度减去空白溶液的吸光度，以标准溶液中所含的砷(As)的微克数为横坐标，以对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

A.7.1.4.2 测定

称取约 10 g 试样，精确至 0.01 g，置于砷发生瓶中，加水至 40 mL，混匀。加 20 mL 硫酸溶液，混匀。加入 2 mL 碘化钾溶液、2 mL 氯化亚锡溶液，摇匀。放置 15 min。将装有乙酸铅棉花的吸收管中加入 3 mL 二乙基二硫代氨基甲酸银-吡啶溶液，在砷发生瓶中加入 3 g 无砷金属锌粒，立即将吸收管与砷发生瓶联接。待反应完全后（常温下约 45 min），将吸收管内的吸收液在 540 nm 处，用 1 cm 比色池测定吸光度。从测定试验溶液的吸光度中减去空白溶液的吸光度，由工作曲线上查出相应的砷（As）含量。

A.7.1.5 结果计算

砷（As）的质量分数 w_4，单位为毫克每千克（mg/kg），按式（A.5）计算：

$$w_4 = \frac{m_1}{m} \times 100\% \qquad \cdots\cdots (A.5)$$

式中：

m_1——由工作曲线上查出的砷的质量分数，单位为微克（μg）；

m ——试样的质量，单位为克（g）。

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 mg/kg。

A.7.2 砷斑法

A.7.2.1 方法提要

在硫酸介质中，用金属锌将砷还原为砷化氢，砷化氢与溴化汞反应生成红棕色或浅黄砷斑，与标准色斑比较。

A.7.2.2 试剂和材料

A.7.2.2.1 无砷锌粒。

A.7.2.2.2 硫酸溶液：1＋4。

A.7.2.2.3 碘化钾溶液：150 g/L。

A.7.2.2.4 氯化亚锡溶液：400 g/L。

A.7.2.2.5 砷标准溶液：1 mL 含砷（As）1 μg，临用时配制。用移液管移取 1 mL 按 GB/T 602 中规定的砷标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A.7.2.2.6 溴化汞试纸。

A.7.2.2.7 乙酸铅棉花。

A.7.2.2.8 标准色斑的制备：用移液管移取 5.0 mL 砷标准溶液置于砷发生瓶中。加水至 40 mL，加 20 mL硫酸溶液，混匀。加入 2 mL 碘化钾溶液、2 mL 氯化亚锡溶液，摇匀。

A.7.2.3 仪器和设备

测砷装置，见图 A.2。

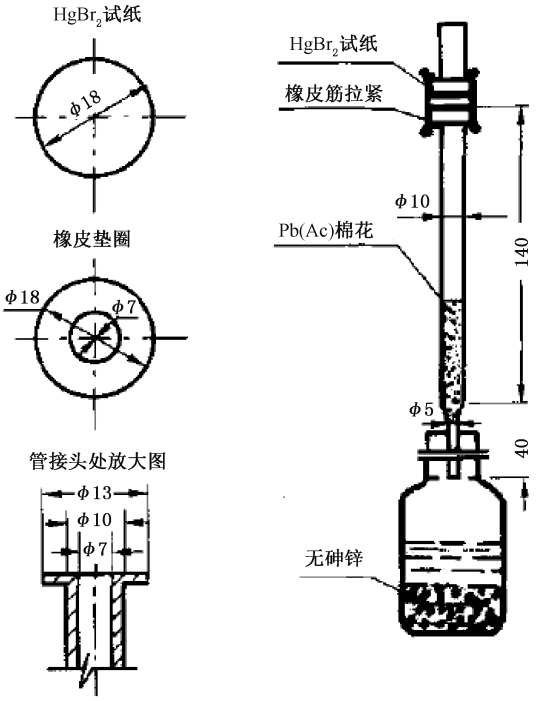


图 A.2　测砷装置(砷斑法)

A.7.2.4　分析步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g。加水至 40 mL,加 20 mL 硫酸溶液,混匀。加入 2 mL 碘化钾溶液、2 mL 氯化亚锡溶液,摇匀。放置 15 min。将装有乙酸铅棉花的检测管按图 A.2 放入溴化汞试纸,在砷发生瓶中加入 3 g 无砷金属锌粒,立即将检测管与砷发生瓶联接。待反应完全后(常温下约 45 min),取出溴化汞试纸,与标准色斑进行比较,生成的红棕色砷斑不得深于标准色斑。

A.8　重金属(以 Pb 计)的测定

A.8.1　方法提要

在 pH 3～4 条件下,试样中的重金属离子与硫化氢作用,生成棕色悬浮物,与同法处理的铅标准溶液比较。

A.8.2　试剂和材料

A.8.2.1　冰乙酸。

A.8.2.2　氨水溶液:1+1。

A.8.2.3　硫化钠-丙三醇溶液配制:称取 5 g 硫化钠,溶于 10 mL 水和 30 mL 丙三醇混合溶液中。此溶液应避光、密封保存于棕色瓶中,三个月内有效。

A.8.2.4　铅标准溶液:1 mL 含铅(Pb)10 μg,临用时配制。用移液管移取 10 mL 按 GB/T 602 配制的铅标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

A.8.2.5　铅标准比色液的配制:用移液管移取 5 mL 试验溶液和适量(1 mL～3 mL)铅标准溶液,置于 50 mL 比色管中,与试验溶液同时同样处理。为求得重金属的含量,需配制一系列的铅标准比色液。

A.8.3 分析步骤

A.8.3.1 试验溶液的制备

称取约 10 g 试样，精确至 0.01 g。置于 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A.8.3.2 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液，置于 50 mL 比色管中，用氨水溶液调至 pH 3～4(用精密试纸检验)，用水稀释至约 40 mL，加入 10 mL 新制备的饱和硫化氢水，摇匀，放置 10 min，与铅标准比色液比较。

取与试样管浊度相当的标准管中的硫酸盐的量进行计算。当试样管浊度介于两支标准管浊度之间时，按两标准管中硫酸盐量的平均值进行计算。

A.8.4 结果计算

重金属(以 Pb 计)的质量分数 w_5，单位为毫克每千克(mg/kg)，按式(A.6)计算：

$$w_5 = \frac{V \times 10}{m \times \frac{25-5}{50}} \times 100\% \qquad \cdots\cdots (A.6)$$

式中：

V ——所取铅标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

10 ——铅标准溶液的浓度，单位为微克每毫升(μg/ mL)；

m ——试样的质量，单位为克(g)；

25 ——用移液管移取的试验溶液的体积，单位为毫升(mL)；

5 ——铅标准比色液中试验溶液的体积，单位为毫升(mL)；

50 ——制备的试验溶液的体积，单位为毫升(mL)。