

《食品安全国家标准 食品营养强化剂 甘油磷酸钙》

（征求意见稿）编制说明

一、工作简况，包括任务来源与项目编号、标准主要起草单位、协作单位、主要起草人、简要起草过程

（一）任务来源与项目编号

根据国家卫生健康委员会办公厅发布关于印发《2017 年度食品安全国家标准立项计划》的通知（国卫办食品函〔2017〕1096 号），“食品营养强化剂 甘油磷酸钙”被列入“2017 年食品安全国家标准项目计划”，项目编号为 spaq-2017-043，项目承担单位为上海市食品化妆品质量安全协会。

（二）主要起草单位、协作单位、主要起草人

主要起草单位：上海市食品化妆品质量安全协会。

主要起草人：巢强国、朱建新、李妍、章寅、郑蓉、葛宇、茅磊明、李冬梅、马志扬、黄浦雁、赵德扬、任佳。

（三）简要起草过程

1、上海市食品化妆品质量安全协会接到任务后，查阅了国内、外的相关技术标准，结合我国的实际情况，制定了详细的工作方案，明确了标准制定的时间进度，并成立了标准起草工作组。

2、2018 年 01 月~2018 年 02 月底，起草工作组收集和查阅了国内、外有关甘油磷酸钙的技术资料（详见附表 1）以及相应的实验方法（详见附表 2），通过综合分析处理后，初步确定了本标准的技术指标和相应的试验方法。同时安排检测机构对本标准的技术指标进行方法验证，其中感官、溶解度、鉴别试验、甘油磷酸钙含量（以干基计）、干燥失重、酸碱度、游离甘油与醇中可溶物、磷酸盐、氯化物、硫酸盐、砷（As）、重金属（以 Pb 计）、铁盐、微生物等指标进行平行试验；铅、砷盐等指标进行 6 平行的 4 个浓度加标试验，所有试验结果的回收率和相对偏差符合 GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》的要求，表明本标准所制订的检测方法，确实可行，方法验证结果的数据汇总，详见附表 3。

3、2018 年 03 月 06 日，起草工作组召开第一次标准立项讨论会，初步确定具体分工和计划：

1) 确定了技术要求指标和限量值（详见标准文本）；

2) 确定了检测方法（详见标准文本）；

3) 确定了 5 家检测机构（包括：政府、外资、国营、第三方检测机构）作为项目验证单位。

4、2018 年 05 月 10 日~11 日，天津太平洋化学制药有限公司实地调研：了解其生产工艺，产品质量规格，检验方法的实际情况。

5、2018 年 04 月~2018 年 06 月，起草工作组收集了甘油磷酸钙生产企业和使用单位的 9 个批次样品，由 5 家检验检测机构，对制订的《食品安全国家标准 食品营养强化剂 甘油磷酸钙》标准草案，进行了技术参数和检测方法的验证，验证数据，详见附表 4。

6、2018 年 07 月~10 月底，针对个别有争议的指标和含量，进一步进行验证。

7、2018 年 07 月 09 日，召开《食品安全国家标准 食品营养强化剂 甘油磷酸钙》标准

指标验证的内部讨论会（第二次），解决验证过程中发现的问题。

8、2018年11月~2019年01月，联系天津太平洋化学制药有限公司，改进生产工艺，重新合成3批次样品。

9、2019年02月~2019年03月，安排项目协作单位对新合成的3批次样品进行验证，详见附表5。

10、2019年04月01日~30日，完善标准草案，形成《食品安全国家标准 食品营养强化剂 甘油磷酸钙》征求意见稿和编制说明。

11、2019年05月01日~30日，征求行业专家、企业、公众的意见。

12、2019年06月01日~10日，整理汇总意见，完善征求意见稿，形成《食品安全国家标准 食品营养强化剂 甘油磷酸钙》送审稿和编制说明。

13、2019年06月10日~30日，提交送审稿，根据食品安全国家标准审评委员会的要求进行整改直至通过。

二、与我国有关法律法规和其他标准的关系

目前，《食品安全国家标准 食品营养强化剂 甘油磷酸钙》还没有国家标准，本标准的产品，属于GB 14880-2012《食品安全国家标准 食品营养强化剂使用标准》中允许使用的品种，可作为营养增补剂和食品的钙质强化剂，广泛用于婴儿食品、面包、发酵粉、小麦粉和面类等食品的生产。

三、国内、外有关企业标准情况的说明

本标准制订的技术指标，主要参考有：

（一）国内、外的产品标准：《中国药典》（2015）、《欧洲药典》（EP9.0）、《美国食品化学法典》（第五版）、《美国药典》（USP40-NF35）、《日本食品添加剂公定书》（第八版）、《英国药典》（BP2013）、QB/T 4193-2011《牙膏用甘油磷酸钙》等技术标准（详见附表1）。

（二）检验方法：采用国家标准、《日本食品添加剂公定书》（第八版）以及天津太平洋化学制药有限公司的企标方法等。

四、标准的制（修）订与起草原则

本标准的编写规则，是按照GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第一部分：标准的结构和编写规则》及GB/T 1.2-2009《标准化工作导则 第二部分：标准中规范性技术要素内容的确定方法》的要求进行。以《中国药典》（2015）、《日本食品添加剂公定书》（第八版）、《欧洲药典》（EP9.0）、《美国食品化学法典》（第五版）、《美国药典》（USP40-NF35）、《英国药典》（BP2013）、QB/T 4193-2011《牙膏用甘油磷酸钙》为基础，兼顾国内相关试验方法、国内、外企业标准及产品规格等。

五、确定各项技术内容（如技术指标、参数、公式、试验方法、检验规则等）的依据

根据目前搜集到的国内、外标准和规范以及国内、外企业标准、技术规范，将各指标设置和检验方法进行对比（见附表1和附表2），形成标准文本的初稿。根据专家研讨会的意见，确定了本标准的技术指标。

本标准感官要求、理化指标分别见表3和表4。

表 3 感官要求

项目	要求	检验方法
色泽	白色	取适量试样置于洁净的白瓷盘中，在自然光线下，观察其色泽和状态，并嗅其气味。
状态	粉末	
气味	无臭	

表 4 理化指标

项目	指标	检验方法
甘油磷酸钙含量（以干基计），w/%	≥ 98.0	附录 A.3
干燥减量，w/%	≤ 12.0	附录 A.4
酸碱度/（mL）	≤ 1.5	附录 A.5
游离甘油与醇中可溶物，w/%	≤ 0.5	附录 A.6
磷酸盐，w/%	≤ 0.04	附录 A.7
硫酸盐，w/%	≤ 0.1	附录 A.8
氯化物，w/%	≤ 0.070	附录 A.9
铅（Pb）/（mg/kg）	≤ 2.0	GB 5009.12 第一法
总砷（以 As 计）/（mg/kg）	≤ 3.0	GB 5009.76

5.1 用途

本次制定的标准，按照 GB 14880-2012《食品安全国家标准 食品营养强化剂使用标准》规定，甘油磷酸钙为营养强化剂。

5.2 指标项目的确定

本次标准指标项目的确定，以《日本食品添加剂公定书》（第八版）、《中国药典》（2015）、为基础，综合考虑了国内、外企业标准或技术规范（见附表 1）。为考察各项指标和检测方法的合理性，选取了 5 家验证单位，对 5 家生产商提供的 9 批次的甘油磷酸钙产品进行了技术指标的验证，验证数据详见附表 3。

5.2.1 感官要求

参考《中国药典》（2015）对甘油磷酸钙感官的描述为：白色至微黄色粉末，无臭；《日本食品添加剂公定书》对甘油磷酸钙感官的描述为：白色粉末，无气味，苦味；《美国食品化学法典》、《欧洲药典》、《英国药典》对甘油磷酸钙感官的描述为：白色粉末。

本标准将感官要求规定为：白色、粉末、无臭。测定方法为：取适量试样置于洁净的白瓷盘中，在自然光线下，观察其色泽和状态，并嗅其气味。

5.2.2 理化指标

5.2.2.1 鉴别试验

《中国药典》中指标设置为：(1) 钼酸铵试液，产生黄色沉淀；(2) 硫酸氢钾试液，产生刺激气味；(3) 红外光吸收图谱为符合；(4) 钙盐焰色反应，为砖红色。《日本食品添加剂公

定书》中指标设置为：(1) 硫酸氢钾试液，产生刺激气味；(2) 钙盐焰色反应，为砖红色。《美国药典》中指标设置为：钙盐焰色反应，为砖红色。《英国药典》中指标设置为：(1) 钼酸铵试液，产生黄色沉淀；(2) 硫酸氢钾试液，产生刺激气味；(3) 钙盐焰色反应，为砖红色。

《欧洲药典》中指标设置为：(1) 钼酸铵试液，产生黄色沉淀；(2) 硫酸氢钾试液，产生刺激气味；(3) 钙盐焰色反应，为砖红色。《美国食品化学法典》中无鉴别试验指标。

根据 9 批次样品的验证结果，本标准鉴别试验指标设置：(1) 钼酸铵试液，产生黄色沉淀；(2) 硫酸氢钾试液，产生刺激气味；(3) 红外光吸收图谱为符合；(4) 钙盐焰色反应，为砖红色。(5) 溶解性试验为水中微溶，乙醇不溶。

5.2.2.2 甘油磷酸钙含量（以干基计）

《中国药典》中甘油磷酸钙含量指标设置为 97.5~101.7%；《日本食品添加剂公定书》中甘油磷酸钙含量指标设置为 $\geq 98.0\%$ ；《美国食品化学法典》中甘油磷酸钙含量指标设置为 98.0~100.5%。

收集了国内外甘油磷酸钙生产企业和使用单位的 9 个批次样品进行验证，验证数据含量为 0.52~182.2%，数据差异较大，不能满足标准验证的要求。经过专家组讨论后，联系天津太平洋化学制药有限公司，改进生产工艺，重新合成 3 批次样品，验证数据含量为 98.2~98.4%。参考《日本食品添加剂公定书》中甘油磷酸钙含量指标，并结合国内现状，经过综合考虑，本标准甘油磷酸钙含量指标设置为 $\geq 98.0\%$ ，检验方法为 EDTA 滴定法。详见标准文本附录 A.3。

5.2.2.3 干燥减量

《中国药典》、《美国食品化学法典》、《牙膏用甘油磷酸钙》干燥减量指标均设置为 $\leq 12.0\%$ ；《日本食品添加剂公定书》干燥减量指标设置为 $\leq 13\%$ ；《欧洲药典》、《英国药典》中干燥减量指标设置为 $\leq 12\%$ 。综合考虑了国内、外企业标准以及各验证单位的验证数据，数据均 $\leq 12\%$ ，故本标准的干燥减量指标设置为 $\leq 12.0\%$ ，检验方法采用 GB5009.3-2016《食品安全国家标准 食品中水分的测定》为直接干燥法。详见标准文本附录 A.4。

5.2.2.4 酸碱度

《中国药典》、《牙膏用甘油磷酸钙》中酸碱度指标设置为 $\leq 1.7\text{mL}$ ；《日本食品添加剂公定书》、《美国食品化学法典》、《欧洲药典》、《英国药典》中酸碱度指标均设置为 $\leq 1.5\text{mL}$ 。综合考虑了国内、外企业标准以及各验证单位的验证数据，数据均 $\leq 1.5\text{mL}$ ，故本标准的酸碱度指标设置为 $\leq 1.5\text{mL}$ ，检验方法为滴定法。详见标准文本附录 A.5。

5.2.2.5 游离甘油与醇中可溶物

《日本食品添加剂公定书》中游离甘油与醇中可溶物指标设置为 $\leq 1.0\%$ ；《中国药典》、《美国药典》、《欧洲药典》、《英国药典》、《牙膏用甘油磷酸钙》中游离甘油与醇中可溶物指标均设置为 $\leq 0.5\%$ 。综合考虑了国内、外企业标准以及各验证单位的验证数据，数据均 $\leq 0.5\%$ ，故本标准的游离甘油与醇中可溶物指标设置为 $\leq 0.5\%$ ，检验方法为重量法。详见标准文本附录 A.6。

5.2.2.6 磷酸盐

《日本食品添加剂公定书》、《中国药典》、《美国药典》、《欧洲药典》、《英国药典》、《牙膏用甘油磷酸钙》中磷酸盐指标均设置为 $\leq 0.04\%$ 。综合考虑了国内、外企业标准以及各验证单位的验证结果，结果均 $\leq 0.04\%$ ，故本标准磷酸盐指标设置为 $\leq 0.04\%$ ，检验方法为目视比色法。详见标准文本附录 A.7。

5.2.2.7 硫酸盐

《日本食品添加剂公定书》中硫酸盐指标设置为 $\leq 0.048\%$ ；《中国药典》、《美国药典》中硫酸盐指标设置为 $\leq 0.2\%$ ；《欧洲药典》、《英国药典》中硫酸盐指标均设置为 $\leq 0.1\%$ 。

综合考虑了国内、外企业标准以及各验证单位的验证结果，结果均 $\leq 0.1\%$ ，故本标准硫酸盐指标设置为 $\leq 0.1\%$ ，检验方法为目视比色法。详见标准文本附录 A.8。

5.2.2.8 氯化物

《日本食品添加剂公定书》中氯化物指标设置为 $\leq 0.071\%$ ；《牙膏用甘油磷酸钙》中氯化物指标设置为 $\leq 0.07\%$ ；《中国药典》中氯化物指标设置为 $\leq 0.02\%$ ；《欧洲药典》、《英国药典》中氯化物指标均设置为 $\leq 0.05\%$ 。综合考虑了国内、外企业标准以及各验证单位的验证结果，结果均 $\leq 0.07\%$ ，故本标准氯化物指标设置为 $\leq 0.07\%$ ，检验方法为目视比色法。详见标准文本附录 A.9。

5.2.2.9 铅

《日本食品添加剂公定书》、《牙膏用甘油磷酸钙》、《中国药典》、《美国药典》、《英国药典》中重金属（以铅计）指标均设置为 $\leq 20.0\text{mg/kg}$ ；《美国食品化学法典》、《美国药典》中铅指标均设置为 $\leq 4\text{mg/kg}$ ；《欧洲药典》、《英国药典》中铅指标设置为 $\leq 50\text{mg/kg}$ 。综合考虑了国内、外企业标准以及各验证单位的验证结果，铅的检测值均是 $\leq 2.0\text{mg/kg}$ ，故确定本标准指标设置为铅 $\leq 2.0\text{mg/kg}$ ，检验方法为 GB 5009.12 第一法，石墨炉原子吸收光谱法。

5.2.2.10 总砷

《日本食品添加剂公定书》中指标设置为 $\text{As}_2\text{O}_3 \leq 4.0\text{mg/kg}$ ；《中国药典》、《欧洲药典》、《美国药典》、《英国药典》中砷的指标均设置为 $\leq 3\text{mg/kg}$ 。综合考虑了国内、外企业标准以及各验证单位的验证结果，检测结果均 $\leq 3.0\text{mg/kg}$ ，故本标准的总砷指标设置为 $\leq 3.0\text{mg/kg}$ ，检验方法为 GB 5009.76，氢化物原子荧光光度法。

5.3 分析方法的确定

综合考虑了国内、外的标准、法典及国内、外企业标准的检测方法，通过验证单位的确认，最终确定了本标准的测定方法。

5.4 强制性技术内容应说明强制理由

食品安全关系到社会和国家的稳定发展，关系到公民的生命健康权利。甘油磷酸钙作为食品中的营养强化剂是直接关系到人民群众生命安全，它的安全使用是一个不容忽视的问题。本标准的制定，可以对规范国内生产和使用起到一定的指导作用，从而起到引导企业提高产品质量，达到统一和规范市场的效果，从而保障人民生命安全的目的。因此该标准应有健康安全性能要求，建议本标准为强制性标准。

六、征求意见的采纳情况（附《征求意见汇总处理表》、重大意见分歧的处理结果和依据）

本标准共发出征求意见稿 XX 份，收到回函 XX 份。回函中没有意见的回函 XX 份，有意见及建议的回函有 XX 份，共提出 XX 条建议其中采纳的建议有 XX 条，未采纳的有 XX 条。具体见意见汇总处理表。

在本标准的制定过程中，无重大意见分歧。

七、标准实施日期和实施建议

无。

八、其他需要说明的事项

8.1 产品性质

产品名称：甘油磷酸钙

分子式： $C_3H_7CaO_6P$

相对分子量：210.14

白色、粉末、无臭，无肉眼可见杂质。

8.2 产品用途

甘油磷酸钙在食品加工行业中主要用作营养强化剂。

8.3 生产方法

以甘油磷酸和氢氧化钙或碳酸钙中和而得的营养强化剂甘油磷酸钙。

九、分委员会及主任会议审查意见及处理情况

待审查。

附表 1 国内、外同类产品标准技术要求一览表

项目	中国药典(2015)	QB/T4193-2011 牙膏用甘油磷酸钙	日本食品添加剂公定书(第八版)	美国食品化学法典(第五版)	美国药典 USP40-NF35	英国药典 BP2013	欧洲药典 EP9.0	本标准
感官:	白色至微黄色; 粉末; 无臭或微臭	白色或微黄色; 粉末、无结粒、目测无杂质; 无臭、无异味	白色; 粉末; 无气味, 苦味	白色; 粉末	/	白色; 粉末	白色; 粉末	白色; 粉末; 无臭
鉴别试验: (1) 钼酸铵鉴别	黄色沉淀	/	/	/	/	黄色沉淀	黄色沉淀	黄色沉淀
(2) 硫酸氢钾鉴别	有刺激气味	/	有刺激气味	/	/	有刺激气味	有刺激气味	有刺激气味
(3) 钙盐焰色反应	砖红色	/	砖红色	/	砖红色	砖红色	砖红色	砖红色
(4) 红外鉴别	与标准图谱一致	/	/	/	/	/	/	与标准图谱一致
甘油磷酸钙含量(以干基计)	钙: 18.6%~19.4% (甘油磷酸钙含量: 97.5%~101.7%)	优级品≥98.0% 合格品≥90.0%	≥98.0%	98.0%~100.5%	含钙(干计) 18.6%~19.4%	含钙(干计) 18.6%~19.4%	含钙(干计) 18.6%~19.4%	≥98.0%
干燥失重	≤12.0%	≤12.0%	≤13%	≤12.0%	≤12%	≤12%	≤12%	≤12.0%
酸碱度	≤1.7mL	≤1.7mL	≤1.5mL	≤1.5mL	≤1.5mL	≤1.5mL	≤1.5mL	≤1.5mL

项目	中国药典 (2015)	QB/T4193-2011 牙膏 用甘油磷酸钙	日本食品添加剂 公定书 (第八版)	美国食品化学 法典 (第五版)	美国药典 USP40-NF35	英国药典 BP2013	欧洲药典 EP9.0	本标准
游离甘油与醇中可溶物	≤ 0.5%	优级品≤ 0.5% 合格品≤ 1.0%	≤ 1.0%	/	≤ 0.5%	≤ 0.5%	≤ 0.5%	≤ 0.5%
磷酸盐	≤ 0.04%	≤ 0.04%	≤ 0.04%	/	≤ 0.04%	≤ 400ppm	≤ 400ppm	≤ 0.04%
氯化物	≤ 0.02%	≤ 0.07%	≤ 0.071%	/	≤ 0.04%	≤ 500ppm	≤ 500ppm	≤ 0.07%
硫酸盐	≤ 0.2%	≤ 0.5%	≤ 0.048%	/	≤ 0.2%	≤ 0.1%	≤ 0.1%	≤ 0.1%
砷 (As)	≤ 0.0003%	≤ 5.0mg/kg	$As_2O_3 \leq 4.0mg/kg$	/	≤ 3mg/kg	≤ 3mg/kg	≤ 3mg/kg	≤ 3.0mg/kg
重金属 (以 Pb 计)	≤ 20.0mg/kg	≤ 20.0mg/kg	≤ 20.0mg/kg	/	≤ 20mg/kg	≤ 20mg/kg	/	/
铅 (Pb)	/	/	/	≤ 4mg/kg	≤ 4mg/kg	≤ 50mg/kg	≤ 50mg/kg	Pb ≤ 2.0mg/kg
铁盐	≤ 0.002%	/	/	/	/	/	/	/

附表 2 国内、外同类产品标准检验方法一览表

项目	中国药典 (2015)	QB/T4193-2011 牙膏用甘油磷酸钙	日本食品添加剂公定书 (第八版)	美国食品化学法典 (第五版)	美国药典 USP40-NF35	英国药典 BP2013	欧洲药典 EP9.0	本标准
感官	目测法	目测法	目测法	目测法	目测法	目测法	目测法	目测法
鉴别试验: (1) 钼酸铵鉴别	沉淀反应	/	/	/	/	沉淀反应	沉淀反应	沉淀反应
(2) 硫酸氢钾鉴别	加热试验	/	沉淀反应	/	/	显色反应	显色反应	加热试验
(3) 钙盐焰色反应	火焰燃烧	/	显色反应	/	显色反应	显色反应	显色反应	/
(4) 红外鉴别	红外扫描	/	/	/	/	/	/	与标准图谱一致
甘油磷酸钙含量 (以干基计)	EDTA 滴定	EDTA 滴定	EDTA 滴定	EDTA 滴定	EDTA 滴定	EDTA 滴定	EDTA 滴定	EDTA 滴定
干燥失重	直接干燥法	直接干燥法	直接干燥法	直接干燥法	直接干燥法	直接干燥法	直接干燥法	直接干燥法
酸碱度	酸碱滴定法	酸碱滴定法	酸碱滴定法	酸碱滴定法	酸碱滴定法	酸碱滴定法	酸碱滴定法	酸碱滴定法

项目	中国药典 (2015)	QB/T4193-2011 牙膏用甘油磷酸钙	日本食品添加剂公定书 (第八版)	美国食品化学法典 (第五版)	美国药典 USP40-NF35	英国药典 BP2013	欧洲药典 EP9.0	本标准
游离甘油与醇中可溶物	重量法	重量法	重量法	/	重量法	重量法	重量法	重量法
磷酸盐	目视比色法	目视比色法	目视比色法	/	目视比色法	目视比色法	目视比色法	目视比色法
氯化物	目视比色法	目视比色法	目视比色法	/	目视比色法	目视比色法	目视比色法	目视比色法
硫酸盐	目视比色法	目视比色法	目视比色法	/	目视比色法	目视比色法	目视比色法	目视比色法
砷 (As)	砷斑法	砷斑法	砷斑法	/	砷斑法	砷斑法	砷斑法	氢化物-原子荧光法
重金属 (以 Pb 计)	目视比色法	目视比色法	目视比色法	/	目视比色法	目视比色法	/	/
铅 (Pb)	/	/	/	APDC 萃取法	APDC 萃取法	/	/	原子吸收法
铁盐	目视比色法	/	/	/	/	/	/	/

附表3 方法验证数据汇总

项目	测试方法	单位	检出限	平行 1	平行 2	平行 3	平行 4	平行 5	平行 6	平均值	相对偏差
感官： 色泽	中国药典	/	/	白色	白色	白色	白色	白色	白色	/	/
感官： 状态	中国药典	/	/	粉末	粉末	粉末	粉末	粉末	粉末	/	/
感官： 气味	中国药典	/	/	无臭	无臭	无臭	无臭	无臭	无臭	/	/
溶解度	/	/	/	水中微溶，乙醇不溶	水中微溶，乙醇不溶	水中微溶，乙醇不溶	水中微溶，乙醇不溶	水中微溶，乙醇不溶	水中微溶，乙醇不溶	/	/
鉴别试验 1	中国药典	/	/	通过	通过	通过	通过	通过	通过	/	/
鉴别试验 2	中国药典	/	/	通过	通过	通过	通过	通过	通过	/	/
甘油磷酸钙含量（以干基计）	日本食品添加剂公定书	%	/	97.50	96.17	96.42	96.36	95.05	95.78	96.2	0.84
干燥失重	中国药典	%	/	3.39	3.42	3.49	3.37	3.40	3.37	3.41	1.3
酸碱度	日本食品添加剂公定书	ml	/	0.50	0.52	0.55	0.50	0.45	0.48	0.50	6.8
游离甘油与醇中可溶物	中国药典	%	/	0.1888	0.2048	0.2285	0.1945	0.2014	0.2102	0.205	6.8
磷酸盐	中国药典	%	/	<0.04	<0.04	<0.04	<0.04	<0.04	<0.04	/	/
氯化物	日本食品添加剂公定书	%	/	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	/	/
硫酸盐	英国药典	%	/	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	/	/
重金属	GB	mg/kg	/	<20	<20	<20	<20	<20	<20	/	/

项目	测试方法	单位	检出限	平行 1	平行 2	平行 3	平行 4	平行 5	平行 6	平均值	相对偏差
(以 Pb 计)	5009.74-2014										
铁盐	/	%	/	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	/	/
菌落总数	GB4789.2-2016	CFU/g	/	90	200	/	/	/	/	/	/
大肠菌群	GB4789.3-2016	CFU/g	/	<10	<10	/	/	/	/	/	/
霉菌和酵母	GB4789.15-2016	CFU/g	/	<10	<10	/	/	/	/	/	/
沙门氏菌	GB4789.4-2016	/25g	/	未检出	未检出	/	/	/	/	/	/
金黄色葡萄球菌	GB4789.10-2016	/25g	/	未检出	未检出	/	/	/	/	/	/

附表3 方法验证数据汇总（续）

项目	测试方法	单位	加标水平	平行 1	平行 2	平行 3	平行 4	平行 5	平行 6	回收率 平均值 (%)	相对偏差 (%)
铅	GB 5009.12-2010 第一法	mg/kg	1 倍 LOD 加 标	115.9	109.3	112.8	113.7	92.8	104.3	108.1	7.9
			3 倍 LOD 加 标	112.3	103.1	93.7	111.2	97.7	115.2	105.5	8.3
			5 倍 LOD 加 标	95.1	108.2	103.4	91.5	112.0	104.2	102.4	7.6
			10 倍 LOD 加 标	106.9	107.3	111.3	115.4	96.1	91.4	104.7	8.8
砷盐	GB 5009.76-2014	mg/kg	1 倍 LOD 加 标	104	101	102	82.2	93.6	97.7	96.8	8.0
			2 倍 LOD 加 标	107	106	114	108	108	104	107.8	3.4
			5 倍 LOD 加 标	94.4	89.8	85.2	92.4	94.6	87.2	90.6	3.9
			10 倍 LOD 加 标	89.4	81.0	81.2	83.1	80.8	89.4	84.2	4.1

附表 4 验证单位-1 数据汇总表

项目	测试方法	单位	检出限	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5	样品 6	样品 7	样品 8	样品 9	平均范围
感官： 色泽	中国药典	/	/	白色	白色								
感官： 状态	中国药典	/	/	粉末	粉末								
感官： 气味	中国药典	/	/	无臭	无臭								
溶解度	/	/	/	水中微 溶,乙醇 不溶	水中微溶,乙醇 不溶								
鉴别试验 1	中国药典	/	/	产生黄 色沉淀	产生黄 色沉淀	产生黄 色沉淀	产生黄 色沉淀	产生黄 色沉淀	产生黄 色沉淀	产生黄色 沉淀	产生黄色 沉淀	产生黄色 沉淀	产生黄色沉淀
鉴别试验 2	中国药典	/	/	有刺激 性臭味	有刺激 性臭味	有刺激 性臭味	有刺激 性臭味	有刺激 性臭味	有刺激 性臭味	有刺激性 臭味	有刺激性 臭味	有刺激性 臭味	有刺激性臭味
甘油磷酸钙含 量(以干基计)	日本食品添加 剂公定书	%	/	2.1	26.3	42.2	43.0	79.5	86.5	89.4	68.7	76.2	/
干燥失重	中国药典	%	/	0.58	0.58	18.2	18.3	10.5	7.44	9.21	23.5	22.6	/
酸碱度	日本食品添加 剂公定书	ml	/	0.15	0.20	0.10	0.10	0.15	0.20	0.15	0.10	0.10	/

项目	测试方法	单位	检出限	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5	样品 6	样品 7	样品 8	样品 9	平均值
游离甘油与醇 中可溶物	中国药典	%	/	0.49	0.13	0.24	0.15	0.27	0.36	0.12	1.84	1.99	/
磷酸盐	中国药典	%	/	<0.04	<0.04	<0.04	<0.04	<0.04	<0.04	<0.04	<0.04	<0.04	/
氯化物	日本食品添加 剂公定书	%	/	/	/	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	/
硫酸盐	英国药典	%	/	/	/	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	/
砷 (As)	GB 5009.76-2014	%	0.0001	未检出	/								
重金属 (以 Pb 计)	GB 5009.74-2014	mg/kg	/	<10.0	<10.0	<10.0	<10.0	<10.0	<10.0	<10.0	<10.0	<10.0	/
铅 (Pb)	GB 5009.12-2010 第一法	mg/kg	0.4	未检出	/								
铁盐	/	%	/	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	/

附表 4 验证单位-2 数据汇总表

项目	测试方法	单位	检出限	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5	样品 6	样品 7	样品 8	样品 9	平均范围
感官： 色泽	中国药典	/	/	白色	白色								
感官： 状态	中国药典	/	/	粉末	粉末								
感官： 气味	中国药典	/	/	无臭	无臭								
溶解度	/	/	/	水中微 溶,乙醇 不溶	水中微溶,乙醇 不溶								
鉴别试验 1	中国药典	/	/	产生黄 色沉淀	产生黄 色沉淀	产生黄 色沉淀	产生黄 色沉淀	产生黄 色沉淀	产生黄 色沉淀	产生黄色 沉淀	产生黄色 沉淀	产生黄色 沉淀	产生黄色沉淀
鉴别试验 2	中国药典	/	/	有刺激 性臭味	有刺激 性臭味	有刺激 性臭味	有刺激 性臭味	有刺激 性臭味	有刺激 性臭味	有刺激性 臭味	有刺激性 臭味	有刺激性 臭味	有刺激性臭味
甘油磷酸钙含 量(以干基计)	日本食品添加 剂公定书	%	/	182.2	84.92	59.10	57.01	94.13	94.72	91.59	91.69	92.71	/
干燥失重	中国药典	%	/	1.59	2.17	11.4	10.5	11.7	7.40	9.31	9.64	8.49	/
酸碱度	日本食品添加 剂公定书	ml	/	0.05	0.05	0.15	0.20	0.65	0.73	0.62	0.63	0.05	/

项目	测试方法	单位	检出限	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5	样品 6	样品 7	样品 8	样品 9	平均值
游离甘油与醇中可溶物	中国药典	%	/	0.42	0.31	0.25	0.24	0.38	0.26	0.11	0.32	0.42	/
磷酸盐	中国药典	%	/	<0.04	<0.04	<0.04	<0.04	<0.04	<0.04	<0.04	<0.04	<0.04	/
氯化物	日本食品添加剂公定书	%	/	≤0.02	≤0.02	≤0.02	≤0.02	≤0.02	≤0.02	≤0.02	≤0.02	≤0.02	/
硫酸盐	英国药典	%	/	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	/
砷 (As)	GB 5009.76-2014	%	0.0001	未检出	/								
重金属 (以 Pb 计)	GB 5009.74-2014	mg/kg	/	≤20.0	≤20.0	≤20.0	≤20.0	≤20.0	≤20.0	≤20.0	≤20.0	≤20.0	/
铅 (Pb)	GB 5009.12-2010 第一法	mg/kg	0.04	未检出	未检出	0.47	0.17	0.11	1.8	0.070	0.40	未检出	/
铁盐	/	%	/	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	/

附表 4 验证单位-3 数据汇总表

项目	测试方法	单位	检出限	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5	样品 6	样品 7	样品 8	样品 9	平均范围
感官： 色泽	中国药典	/	/	白色	白色								
感官： 状态	中国药典	/	/	粉末	粉末								
感官： 气味	中国药典	/	/	无臭	无臭								
溶解度	/	/	/	水中微 溶,乙醇 不溶	水中微溶,乙醇 不溶								
鉴别试验 1	中国药典	/	/	产生黄 色沉淀	产生黄 色沉淀	产生黄 色沉淀	产生黄 色沉淀	产生黄 色沉淀	产生黄 色沉淀	产生黄色 沉淀	产生黄色 沉淀	产生黄色 沉淀	产生黄色沉淀
鉴别试验 2	中国药典	/	/	有刺激 性臭味	有刺激 性臭味	有刺激 性臭味	有刺激 性臭味	有刺激 性臭味	有刺激 性臭味	有刺激性 臭味	有刺激性 臭味	有刺激性 臭味	有刺激性臭味
甘油磷酸钙含 量(以干基计)	日本食品添加 剂公定书	%	/	0.52	0.78	47.4	53.0	86.2	85.7	88.2	93.0	99.0	/
干燥失重	中国药典	%	/	8.4	8.8	7.8	8.1	8.1	8.4	8.8	8.1	8.5	/
酸碱度	日本食品添加 剂公定书	mL	/	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05	/

项目	测试方法	单位	检出限	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5	样品 6	样品 7	样品 8	样品 9	平均值
游离甘油与醇中可溶物	中国药典	%	/	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	<0.5	/
磷酸盐	中国药典	%	/	<0.04	<0.04	<0.04	<0.04	<0.04	<0.04	<0.04	<0.04	<0.04	/
氯化物	日本食品添加剂公定书	%	/	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	/
硫酸盐	英国药典	%	/	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	/
砷 (As)	GB 5009.76-2014	mg/kg	0.01	0.03	<0.01	<0.01	<0.01	0.02	<0.01	0.03	<0.01	<0.01	/
重金属 (以 Pb 计)	GB 5009.74-2014	mg/kg	/	<20	<20	<20	<20	<20	<20	<20	<20	<20	/
铅 (Pb)	GB 5009.12-2010 第一法	mg/kg	0.02	0.07	0.06	0.03	0.03	0.02	0.06	0.02	0.04	0.03	/
铁盐	/	%	/	/	/	/	/	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	/

附表 4 验证单位-4 数据汇总表

项目	测试方法	单位	检出限	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5	样品 6	样品 7	样品 8	样品 9	平均范围
感官： 色泽	中国药典	/	/	白色	白色								
感官： 状态	中国药典	/	/	粉末	粉末								
感官： 气味	中国药典	/	/	无臭	无臭								
溶解度	/	/	/	水中微 溶，乙醇 不溶	水中微溶，乙醇 不溶								
鉴别试验 1	中国药典	/	/	通过	通过								
鉴别试验 2	中国药典	/	/	通过	通过								
甘油磷酸钙含 量（以干基计）	日本食品添加 剂公定书	%	/	5.21	4.13	47.4	46.7	81.5	84.5	84.4	73.9	66.1	/
干燥失重	中国药典	%	/	0.031	0.028	0.80	0.75	0.45	0.31	0.38	0.99	0.94	/
酸碱度	日本食品添加 剂公定书	mL	/	0.50	0.50	0.10	0.10	0.50	0.65	0.50	0.20	0.20	/

项目	测试方法	单位	检出限	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5	样品 6	样品 7	样品 8	样品 9	平均值
游离甘油与醇中可溶物	中国药典	%	/	0.22	0.49	0.39	0.32	0.28	0.28	0.31	2.1	2.2	/
磷酸盐	中国药典	%	/	≤0.04	≤0.04	≤0.04	≤0.04	≤0.04	≤0.04	≤0.04	≤0.04	≤0.04	/
氯化物	日本食品添加剂公定书	%	/	≤0.02	≤0.02	≤0.02	≤0.02	≤0.02	≤0.02	≤0.02	≤0.02	≤0.02	/
硫酸盐	英国药典	%	/	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	≤0.2	/
砷 (As)	GB 5009.76-2014	%	/	≤0.0003	≤0.0003	≤0.0003	≤0.0003	≤0.0003	≤0.0003	≤0.0003	≤0.0003	≤0.0003	/
重金属 (以 Pb 计)	GB 5009.74-2014	mg/kg	/	≤20.0	≤20.0	≤20.0	≤20.0	≤20.0	≤20.0	≤20.0	≤20.0	≤20.0	/
铅 (Pb)	GB 5009.12-2010 第一法	mg/kg	0.05	未检出	/								
铁盐	/	%	/	≤0.002	≤0.002	≤0.002	≤0.002	≤0.002	≤0.002	≤0.002	≤0.002	≤0.002	/

附表 4 验证单位-5 数据汇总表

项目	测试方法	单位	检出限	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5	样品 6	样品 7	样品 8	样品 9	平均范围
感官： 色泽	中国药典	/	/	白色	白色								
感官： 状态	中国药典	/	/	粉末	粉末								
感官： 气味	中国药典	/	/	无臭	无臭								
溶解度	/	/	/	水中微 溶,乙醇 不溶	水中微溶,乙醇 不溶								
鉴别试验 1	中国药典	/	/	产生黄 色沉淀	产生黄 色沉淀	产生黄色 沉淀	产生黄色 沉淀	产生黄 色沉淀	产生黄 色沉淀	产生黄 色沉淀	产生黄色 沉淀	产生黄色 沉淀	产生黄色沉淀
鉴别试验 2	中国药典	/	/	有刺激 性臭味	有刺激 性臭味	有刺激性 臭味	有刺激性 臭味	有刺激 性臭味	有刺激 性臭味	有刺激 性臭味	有刺激性 臭味	有刺激性 臭味	有刺激性臭味
甘油磷酸钙含 量(以干基计)	日本食品添加 剂公定书	%	/	/	/	47.0	46.6	89.4	87.5	86.8	90.5	90.0	/
干燥失重	中国药典	%	/	0.48	0.31	0.31	0.30	6.69	3.04	4.74	23.40	22.10	/
酸碱度	日本食品添加 剂公定书	mL	/	0.31	0.19	0.07	0.04	0.47	0.90	0.50	0.06	0.10	/

项目	测试方法	单位	检出限	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5	样品 6	样品 7	样品 8	样品 9	平均值
游离甘油与醇 中可溶物	中国药典	%	/	0.14	0.18	0.09	0.07	0.04	0.13	0.02	1.8	1.8	/
磷酸盐	中国药典	%	/	>0.04	>0.04	<0.04	<0.04	<0.04	<0.04	<0.04	<0.04	<0.04	/
氯化物	日本食品添加 剂公定书	%	/	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	<0.02	/
硫酸盐	英国药典	%	/	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	<0.2	/
砷 (As)	GB 5009.76-2014	mg/kg		0.015	0.012	0.020	0.023	0.024	0.020	0.034	0.016	0.041	/
重金属 (以 Pb 计)	GB 5009.74-2014	mg/kg	/	<10	<10	<10	<10	<10	<10	<10	<10	<10	/
铅 (Pb)	GB 5009.12-2010 第一法	mg/kg	/	0.01	0.04	0.16	0.18	0.16	0.12	0.24	0.14	0.06	/
铁盐	/	%	/	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	/
菌落总数	GB4789.2-2016	CFU/g		<10	<10	1.0×10 ⁶	7.8×10 ⁵	<10	<10	40	3.0×10 ⁴	3.9×10 ⁵	/

大肠菌群	GB4789.3-2016	CFU/g		<10	<10	<10	<10	<10	<10	<10	<10	<10	/
项目	测试方法	单位	检出限	样品 1	样品 2	样品 3	样品 4	样品 5	样品 6	样品 7	样品 8	样品 9	平均值
霉菌和酵母	GB4789.15-2016	CFU/g		<10	<10	<10	<10	<10	<10	<10	<10	<10	/
沙门氏菌	GB4789.4-2016	/25g		未检出	/								
金黄色葡萄球菌	GB4789.10-2016	/25g		未检出	/								

附表5 验证数据汇总表

项目	测试方法	单位	检出限	样品 1	样品 2	样品 3	平均范围
感官：色泽	中国药典	/	/	白色	白色	白色	/
感官：状态	中国药典	/	/	粉末	粉末	粉末	/
感官：气味	中国药典	/	/	无臭	无臭	无臭	/
溶解度	/	/	/	水中微溶，乙醇不溶	水中微溶，乙醇不溶	水中微溶，乙醇不溶	/
鉴别试验 1	中国药典	/	/	通过	通过	通过	/
鉴别试验 2	中国药典	/	/	通过	通过	通过	/
甘油磷酸钙含量(以干基计)	日本食品添加剂公定书	%	/	98.4	98.2	98.3	/
干燥失重	中国药典	%	/	3.41	3.11	2.67	/
酸碱度	日本食品添加剂公定书	mL	/	0.50	0.45	0.45	/
游离甘油与醇中可溶物	中国药典	%	/	0.205	0.170	0.154	/

项目	测试方法	单位	检出限	样品 1	样品 2	样品 3	平均范围
磷酸盐	中国药典	%	/	<0.04	<0.04	<0.04	/
氯化物	日本食品添加剂公 定书	%	/	<0.02	<0.02	<0.02	/
硫酸盐	英国药典	%	/	<0.2	<0.2	<0.2	/
砷 (As)	GB 5009.76-2014	mg/kg	0.010	<0.010	<0.010	<0.010	/
重金属 (以 Pb 计)	GB 5009.74-2014	mg/kg	/	<20	<20	<20	/
铅 (Pb)	GB 5009.12-2010 第一法	mg/kg	/	0.248	0.837	0.300	/
铁盐	/	%	/	<0.002	<0.002	<0.002	/
菌落总数	GB4789.2-2016	CFU/g	/	90/200	7200/9400	220/180	/
大肠菌群	GB4789.3-2016	CFU/g	/	<10	<10	<10	/
霉菌和酵母	GB4789.15-2016	CFU/g	/	<10	<10	<10	/

项目	测试方法	单位	检出限	样品 1	样品 2	样品 3	平均范围
沙门氏菌	GB4789.4-2016	/25g	/	未检出	未检出	未检出	/
金黄色葡萄球菌	GB4789.10-2016	/25g	/	未检出	未检出	未检出	/