中 华 人 民 共 和 国 国 家 标 准

GB 1886.4—××××

食品安全国家标准
食品添加剂 六偏磷酸钠

（征求意见稿）

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国 家 市 场 监 督 管 理 总 局　发布

前　　言

本标准代替 GB 1886.4—2015《食品安全国家标准 食品添加剂　六偏磷酸钠》。

本标准与GB 1886.4—2015相比，主要变化如下：

——修改了范围；

——修改了总磷酸盐（以P_2O_5计）、pH（10 g/L溶液）指标要求；

——增设了铅（Pb）、灼烧减量指标要求；

——修改了砷检验方法、磷酸盐鉴别试验方法。

食品安全国家标准

食品添加剂 六偏磷酸钠

1 范围

本标准适用于碳酸钠或氢氧化钠和食品添加剂磷酸或食品添加剂磷酸（湿法），经熔聚反应生成的食品添加剂六偏磷酸钠。

2 技术要求

2.1 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	取适量试样置于50 mL烧杯中，在自然光下观察色泽和组织状态
状态	玻璃态片状或粒状或粉状	

2.2 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
总磷酸盐（以 P_2O_5 计）含量，*w*/ %	≥	67.0	附录 A 中 A.4
非活性磷酸盐（以 P_2O_5 计），*w*/ %	≤	7.5	附录 A 中 A.5
pH（10 g/L 溶液）		5.0～7.5	附录 A 中 A.6
灼烧减量，*w*/ %	≤	1.0	附录 A 中 A.7
铁（Fe）/（mg/kg）	≤	200	附录 A 中 A.8
砷（As）/（mg/kg）	≤	3.0	附录 A 中 A.9
重金属（以 Pb 计）/（mg/kg）	≤	10	附录 A 中 A.10
铅（Pb）/（mg/kg）	≤	4.0	附录 A 中 A.11
氟化物（以 F 计），*w*/%	≤	0.003	附录 A 中 A.12
水不溶物，*w*/%	≤	0.06	附录 A 中 A.13

附　录　A

检验方法

A.1　警示

本标准的检验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作时应小心谨慎！如溅到皮肤或眼睛上应立即用大量水冲洗，严重者应立即治疗。试验中所用易燃品，操作时不应使用明火。

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中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、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。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　盐酸。

A.3.1.2　硝酸溶液：1＋7。

A.3.1.3　硝酸银溶液（17 g/L）。

A.3.1.4　氢氧化钠溶液：40 g/L。

A.3.1.5　铂丝环。

A.3.2　鉴别方法

A.3.2.1　钠离子

用盐酸润湿铂丝环后，在无色火焰上燃烧至无色，蘸取试样，在无色火焰中燃烧，火焰应呈亮黄色。

A.3.2.2　磷酸盐

称取约0.1 g试样，置于50 mL烧杯中，加5 mL热硝酸溶液溶解，在蒸汽浴上加热10 min后，冷却。加氢氧化钠溶液中和至石蕊试纸显中性，加硝酸银溶液，生成黄色沉淀，此沉淀溶于硝酸溶液。

A.4　总磷酸盐（以P_2O_5计）含量的测定

A.4.1　方法提要

在酸性溶液中试样全部水解为正磷酸盐，加喹钼柠酮溶液后生成磷钼酸喹啉沉淀，过滤、洗涤、烘干、称量，计算试样中总磷酸盐含量。

A.4.2　试剂和材料

A.4.2.1　硝酸溶液：1＋1。

A.4.2.2　喹钼柠酮溶液：按HG/T 3696.3要求进行配制。

A.4.3　仪器和设备

A.4.3.1　玻璃砂坩埚：滤板孔径为5 μm～15 μm。

A.4.3.2　电热恒温干燥箱：温度能控制在180 ℃±5 ℃或250 ℃±10 ℃。

A.4.4　分析步骤

A.4.4.1　试验溶液的制备

称取约 2 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 100 mL 烧杯中，加水溶解后，全部转移至 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。必要时过滤。此试验溶液用于总磷酸盐、非活性磷酸盐的测定。

A.4.4.2　测定

用移液管移取 10 mL 试验溶液，置于 400 mL 高型烧杯中，加 15 mL 硝酸溶液、70 mL 水，加热煮沸 15 min，趁热加 50 mL 喹钼柠酮溶液，盖上表面皿，保温 10 min 后（在加试剂和加热过程中，不得使用明火，不得搅拌，以免凝结成块），冷却至室温。用已于 180 ℃±5 ℃或 250 ℃±10 ℃下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚以倾泻法过滤，在烧杯中洗涤沉淀三次，每次用水 15 mL，将沉淀全部移入玻璃砂坩埚中，继

续用水洗涤（所用洗涤水共约 150 mL），于 180 ℃±5 ℃下干燥 45 min，或于 250 ℃±10 ℃下干燥 30 min，在干燥器中冷却，称量。

A.4.5　结果计算

总磷酸盐（以 P_2O_5 计）的质量分数 w_1，按式（A.1）计算：

$$w_1 = \frac{m_1 \times 0.03207 \times 50}{m_2} \times 100\ \% \quad \cdots\cdots (A.1)$$

式中：

m_1　——磷钼酸喹啉沉淀的质量，单位为克（g）；

0.03207 ——磷钼酸喹啉与五氧化二磷的换算系数；

50　——稀释倍数；

m_2　——试样的质量，单位为克（g）。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.3 %。

A.5　非活性磷酸盐（以P_2O_5计）的测定

A.5.1　方法提要

在试样溶液中加氯化钡溶液，与六偏磷酸钠生成沉淀，过滤。在滤液中加酸使其余磷酸盐水解为正磷酸盐，加喹钼柠酮溶液后生成磷钼酸喹啉沉淀，过滤、洗涤、烘干、称量，计算试样中非活性磷酸盐含量。

A.5.2　试剂和材料

A.5.2.1　硝酸溶液：1＋1。

A.5.2.2　喹钼柠酮溶液：按HG/T 3696.3要求进行配制。

A.5.2.3　氯化钡（$BaCl_2 \cdot 2H_2O$）溶液：250 g/L。

A.5.3　仪器和设备

A.5.3.1　玻璃砂坩埚：滤板孔径为5 μm～15 μm。

A.5.3.2　电热恒温干燥箱：温度能控制在180 ℃±5 ℃或250 ℃±10 ℃。

A.5.4　分析步骤

用移液管移取 50 mL 试验溶液（A.4.4.1），置于 100 mL 容量瓶中。在不断摇动下加 30 mL 氯化钡溶液，充分摇动使沉淀完全，用水稀释至刻度，摇匀，干过滤。用移液管移取 50 mL 滤液，置于 400 mL 高型烧杯中，加 15 mL 硝酸溶液、35 mL 水，加热煮沸 15 min，趁热加 20 mL 喹钼柠酮溶液，盖上表面皿，保温 10 min 后（在加试剂和加热过程中，不得使用明火，不得搅拌，以免凝结成块），冷却至室温。用已于 180 ℃±5 ℃或 250 ℃±10 ℃下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚以倾泻法过滤，在烧杯中洗涤沉淀三次，每次用水 15 mL，将沉淀全部移入玻璃砂坩埚中，继续用水洗涤（所用洗涤水共约 150 mL），于 180 ℃±5 ℃下干燥 45 min，或于 250 ℃±10 ℃下干燥 30 min，在干燥器中冷却，称量。

A.5.5　结果计算

非活性磷酸盐（以 P_2O_5 计）的质量分数 w_2，按式（A.2）计算：

$$w_2 = \frac{m_3 \times 0.03207 \times 20}{m_2} \times 100\ \% \quad \cdots\cdots (A.2)$$

式中：

m_3　——磷钼酸喹啉沉淀的质量，单位为克（g）；

0.03207 ——磷钼酸喹啉与五氧化二磷的换算系数；

20　——稀释倍数；

m_2　——试样的质量（A.4.4.1），单位为克（g）。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.3 %。

A.6　pH（10 g/L溶液）的测定

A.6.1　试剂和材料

无二氧化碳的水。

A.6.2　仪器和设备

酸度计：分度值为 0.01 pH，配有饱和甘汞电极和玻璃电极。

A.6.3　分析步骤

称取 1.00 g±0.01 g 试样，置于 250 mL 烧杯中，加 100 mL 无二氧化碳的水溶解。在室温下用酸度计测定试验溶液的 pH。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于0.2。

A.7　灼烧减量的测定

A.7.1　仪器和设备

高温炉：温度能控制在 500 ℃±25 ℃。

A.7.2　分析步骤

称取约 2 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于已于 500 ℃±25 ℃下灼烧至质量恒定的瓷坩埚中，在 500 ℃±25 ℃下灼烧至质量恒定。

A.7.3　结果计算

灼烧减量的质量分数 w_3，按式（A.3）计算：

$$w_3 = \frac{m_4 - m_5}{m_6} \times 100\ \% \quad \cdots\cdots\cdots\

皿，加热煮沸 15 min，冷却至室温。全部转移至 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用移液管移取 25 mL 试验溶液，置于 100 mL 容量瓶中，以下按 GB/T 3049—2006 中 6.4 从“必要时，加水至 60 mL……”开始进行操作。

同时做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

根据测得的吸光度，从标准曲线上查出相应的铁的质量（mg）。

A.8.5 结果计算

铁（Fe）的质量分数 w_4，单位为毫克每千克（mg/kg），按式（A.4）计算：

$$w_4 = \frac{(m_7 - m_8) \times 1000 \times 10}{m_9} \quad \text{（A.4）}$$

式中：

m_7 ——从标准曲线上查出的试验溶液中铁的质量，单位为毫克（mg）；

m_8 ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中铁的质量，单位为毫克（mg）；

1000 ——换算系数；

10 ——稀释倍数；

m_9 ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 10 mg/kg。

A.9 砷（As）的测定

按GB 5009.76或GB5009.11规定的方法进行测定。试验用水为GB/T 6682中规定的二级水。

A.10 重金属（以Pb计）的测定

按GB 5009.74规定的方法进行测定。试验用水为GB/T 6682中规定的二级水。

A.11 铅（Pb）的测定

按GB5009.75或GB 5009.12规定的方法进行测定。试验用水为GB/T 6682中规定的二级水。

A.12 氟化物（以F计）的测定

A.12.1 方法提要

试样溶解后，在pH5.5～6.0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，用标准曲线法测定氟含量。

A.12.2 试剂和材料

A.12.2.1 盐酸溶液：1＋4。

A.12.2.2 调节总离子强度缓冲溶液（TISAB）：按HG/T 3696.3要求临用时进行配制。

A.12.2.3 氟化物（F）标准溶液：1 mL含氟（F）0.01 mg，用移液管移取10 mL按GB/T 602配制的氟化物（F）标准溶液，置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A.12.3 仪器和设备

A.12.3.1 酸度计：分度值为1 mV，配有饱和甘汞电极和氟离子选择电极。

A.12.3.2 磁力搅拌器。

A.12.4 分析步骤

A.12.4.1 标准曲线的绘制

在 5 个 50 mL 聚乙烯容量瓶中，用移液管分别加入 1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 氟化物（F）标准溶液，准确加 4 mL 盐酸溶液，加 25 mL 调节总离子强度缓冲溶液（TISAB），用水稀释至刻度，摇匀。将氟离子选择电极、饱和甘汞电极与酸度计的负端和正端联接，将电极插入盛有水的 50 mL 的聚乙烯烧杯中，在电磁搅拌中，读取平衡电位值，更换浸泡电极的水，待电位值平衡后，由低至高浓度分别测定氟标准溶液的电位值。以电位值作纵坐标，氟化物的质量（mg）的对数作横坐标，绘制标准曲线。

A.12.4.2　测定

称取约1 g试样，精确至0.000 2 g，置于50 mL聚乙烯烧杯中，加少量水润湿，准确加4 mL盐酸溶液，溶解，全部转移至50 mL聚乙烯容量瓶中，加25 mL调节总离子强度缓冲溶液（TISAB），用水稀释至刻度，摇匀。测定试验溶液电位值，根据测得的电位值，从标准曲线上查出相应的氟化物的质量的对数的数值并折算出氟化物的质量。

A.12.4.3　结果计算

氟化物（以 F 计）的质量分数 w_5，按式（A.5）计算：

$$w_5 = \frac{m_{10}}{m_{11} \times 1000} \times 100\ \% \quad \cdots\cdots (A.5)$$

式中：

m_{10} ——试验溶液中氟化物（以F计）的质量，单位为毫克（mg）；

m_{11} ——试样的质量，单位为克（g）；

1000——换算系数。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于0.000 5 %。

A.13　水不溶物的测定

A.13.1　仪器和设备

A.13.1.1　玻璃砂坩埚：滤板孔径5 μm～15 μm。

A.13.1.2　电热恒温干燥箱：温度能控制在105 ℃±2 ℃。

A.13.2　分析步骤

称取约 30 g 研磨后试样，精确至 0.01 g，置于 400 mL 烧杯中，加 200 mL 水，加热溶解。趁热用已于 105 ℃±2 ℃下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤，用热水洗涤 10 次（每次用水约 20 mL），将玻璃砂坩埚和水不溶物置于 105 ℃±2 ℃的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

A.13.3　结果计算

水不溶物的质量分数 w_6，按式（A.6）计算：

$$w_6 = \frac{m_{12} - m_{13}}{m_{14}} \times 100\ \% \quad \cdots\cdots (A.6)$$

式中：

m_{12}——水不溶物和玻璃砂坩埚的质量，单位为克（g）；

m_{13}——玻璃砂坩埚的质量，单位为克（g）；

m_{14}——试样的质量，单位为克（g）。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.01 %。