《食品安全国家标准　食品添加剂磷酸（湿法）》（征求意见稿）编制说明

一　标准起草基本情况（包括简要的起草过程、主要起草单位、起草人等）

1　简要起草过程

中海油天津化工研究设计院接到制标任务后，查阅了国内外标准及有关技术资料，并向生产、使用单位发函，进行调查并广泛征求对制标的意见，在此基础上提出了文献小结。

2017 年 4 月召开了制定标准工作方案会，会上各单位对国内外标准、理化指标和试验方法进行了认真地分析。确定了食品安全国家标准 食品添加剂磷酸（湿法）的指标项目和试验方法等内容，提出了工作方案。会后各有关单位根据工作方案的安排进行了试验工作，并对本厂产品进行了质量考核。

2017 年 6 月由负责起草单位提出了标准征求意见稿（草案）、编制说明及其附件，在行业内部进行了征求意见。

2017 年 8 月由中海油天津化工研究设计院组织召开了该标准的工作会议，召集相关生产企业对之前提出的征求意见稿和收集到的意见进行预审，会上各单位根据该产品的实际生产和使用情况提出了修改意见。会后根据修改意见对征求意见稿进行修改。

2017 年 9 月，提出征求意见稿（草案）、编制说明，提交卫计委网上公开征求意见。

2　标准主要起草单位、主要起草人

本标准主要起草单位：中海油天津化工研究设计院有限公司。

本标准主要起草人：郭凤鑫、杨宏、李红林、万金铸、李绪、李家鹏、李周、胡育红。

二　标准重要内容及主要修改情况

1　指标项目的确定

收集到关于磷酸的国内外标准在指标设置上不尽相同，JECFA 设置了磷酸含量、硝酸盐、挥发酸、氯化物、硫酸盐、氟化物、砷和铅八项指标；FCC8 设置了磷酸、氟、砷、铅和钙五项指标；日本公定书设置了磷酸、比重、硫酸盐、砷、重金属和澄清度六项指标；GB 1886.15—2015 设置了磷酸、氟化物、砷、重金属和易氧化物五项指标；我国公告设置的指标有磷酸、氯化物、硫酸盐、氟化物、砷、铅、重金属、色度、易氧化物、总有机碳、铁、镉、汞 13 项指标。

本次制定国家标准以公告为基础，以 GB 1886.15—2015《食品安全国家标准 食品添加剂 磷酸》标准和 JECFA 标准为参考，结合我国湿法磷酸工艺特点对指标要求进行设置。

我国公告中设置了重金属指标，而 JECFA 标准并没有设置此项指标，本次制定标准考虑已对主要的危害性重金属铅和镉这两项进行了控制，且控制的还较 JECFA 标准严格，因此确定没必要再设置重金属含量。

我国公告中设置了汞含量指标，而 JECFA 标准并没有设置此项指标。我国生产工艺中有加硫化物除砷工序，汞与硫化物生产硫化汞沉淀，因此在除砷的同时也同时除去了汞元素。从产品中汞含量的实测数据也可以看出，汞含量基本上在 0.3mg/kg 以下，远小于公告中 1mg/kg 的指标要求，因此本次制定标准没有设置汞含量指标。

我国公告中没有设置硝酸盐指标，而 JECFA 标准设置了此项指标，考虑到硝酸盐为对人体危害性较大的杂质项目，本次制定按 JECFA 标准的要求设置了硝酸盐指标。

我国公告中没有设置挥发酸指标，而 JECFA 标准设置了此项指标。挥发酸主要是指盐酸、硝酸、氢氟酸和一些低分子量的有机酸，这些杂质已通过硝酸盐、氯化物、氟和总有机碳这几项指标进行了控制，没有必要再重复控制，因此本标准没有设置挥发酸指标。

综上所述，本标准设置了磷酸含量、色度、总有机碳、易氧化物、氯化物、硝酸盐、硫酸盐、铁、砷、氟、铅和镉 12 项指标要求。

国内外标准指标要求对比及本次制定标准确定的指标见附表 1。

2 指标要求的确定

2.1 磷酸含量

磷酸含量各标准设置的下限均为 75.0%，GB 1886.15—2015 和我国公告均设置了上限要求为 86.0%。磷酸含量超过 86%的产品就会变为聚磷酸，因此本次制定标准磷酸指标设置为 75.0%～86.0%。

2.2 色度

国外标准都描述磷酸为无色液体，我国标准对磷酸的色度提出了定量要求，对指标进行量化有利于控制产品质量。我国公告指标设置为不大于 20 黑曾。本次制定标准等同于的我国公告规定，指标设置为不大于 20 黑曾。

2.3 总有机碳

在湿法磷酸的生产过程中为了除去杂质需要经过溶剂萃取步骤，为了控制工艺中带入的有机溶剂的数量特设置总有机碳指标。国外标准均未设置这项指标，我国公告中规定为不大于 0.006%，本次制定标准等同于我国公告的规定，指标设置为不大于 0.006%。

2.4 易氧化物

国外标准均未规定该项指标，该指标主要是限制亚磷酸含量。在磷酸含量的测定中无法区分亚磷酸含量，因此另外进行控制是十分必要的。GB 1886.15—2015 中规定为不大于 0.012%，我国公告中规定为不大于 0.008%，本次制定标准等同于我国公告的规定，指标设置为不大于 0.008%。

2.5 氯化物

JECFA 中规定氯化物含量为不大于 200 mg/kg，我国公告中规定氯化物含量为不大于 0.0007%（相当于 7 mg/kg）。氯化物主要通过原料带入，工艺过程中要求严格控制氯化物含量，否则会对生产设备造成腐蚀，对最终产品的气味也会造成影响。因此本次制定标准等同于我国公告的规定，设置为不大于 0.0007%。

2.6 硝酸盐

硝酸盐在人体中可能被还原为亚硝酸盐，因此应加以控制。JECFA 中规定了硝酸盐含量为不大于 0.0005%，本次制定标准等同于 JECFA 的规定，设置为不大于 0.0005%。

2.7 硫酸盐

JECFA 中规定硫酸盐含量为不大于 0.15%，我国公告中规定硫酸盐含量为不大于 0.01%。硫酸盐为工艺控制指标，其含量过高对设备和对下游产品会产品不利影响。因此本次制定标准等同于我国公告的规定，设置为不大于 0.01%。

2.8 铁

铁含量过高对产品色泽会产生不利影响。JECFA 没规定这项指标，我国公告中规定为不大于 0.001%，本次制定标准等同于我国公告的规定，指标设置为不大于 0.001%。

2.9 砷

砷为对人体有害的杂质，应该加以控制，JECFA 中规定砷含量为不大于 3 mg/kg，收集到的其他国外标准对砷含量的要求也为不大于 3 mg/kg；GB 1886.15—2015 和我国公告规定为不大于 0.5 mg/kg。本次制定标准收集了企业的验证数据，验证数据为连续批次的实测数据，能够真实地反应砷含量情况，从数据看企业一和企业二都只有 2 批数据低于 0.5 mg/kg，其他 8 批产品的实测结果等于或超过 0.5 mg/kg。为此又对生产企业目前产品中砷含量进行了监控，抽取了近 3 个月生产的产品 50 个，数据统计结果为大于 0.5 mg/kg 有 8 个，占 16%；等于 0.5 mg/kg 有 25 组，占 50%；小于 0.5 mg/kg 有 17 组，占 34%；最高达 0.7 mg/kg。我国公告对砷的控制是目前最为严格的，远低于国际普遍要求。但考虑到目前我国产品的实际情况，等同于 GB 1886.15—2015 和我国公告规定的 0.5 mg/kg 存在一定难度，因此本标准设置为不大于 1.0mg/kg，这个要求低于国际标准的要求，可以保证安全使用，又可以真实地反映我国产品的实际情况。

2.10 氟化物

氟为磷矿伴生的杂质，JECFA 中规定氟化物含量为不大于 10 mg/kg，其他国内外标准也规定为不大于 10 mg/kg。本次制定标准等同于 JECFA 的规定，设置为不大于 10mg/kg。

2.11 铅

JECFA 规定铅含量为不大于 4 mg/kg，我国公告规定为不大于 2.0 mg/kg。铅为重金属对人体健康有危害，应严加控制，本次制定标准等同于我国公告的规定，设置为不大于 2.0mg/kg。

2.12 镉

镉属于重金属元素，对人体健康产生危害，应严格控制。国外标准均未设置这项指标，我国公告中规定为不大于 2.0mg/kg，本次制定标准等同于我国公告的规定，指标设置为不大于 2.0mg/kg。

3 试验方法的确定

国内外标准试验方法对比及本次制定标准确定的试验方法见附表 2。

3.1 磷酸含量的测定

JECFA 中磷酸含量的测定使用的是酸碱滴定法，使用百里香酚酞指示滴定终点。GB 1886.15—2015 和我国公告则使用了两种方法测定磷酸含量，仲裁法为喹钼柠酮重量法，容量法则与 JECFA 的规定一致。喹钼柠酮重量法是利用喹钼柠酮与磷酸根定量生成磷钼酸喹啉沉淀，经过滤、洗涤、烘干及称重，根据沉淀的质量计算磷酸的含量。酸碱滴定法则是利用磷酸的酸性，使用氢氧化钠为滴定剂，终点时 pH 发生突跃，通过指示剂变色来指示终点。这两种方法为测定磷酸含量的经典方法，且 GB 1886.15—2015 标准实施多年，经企业验证，测定结果准确可靠。因此本次制定标准直接引用 GB 1886.15，即使用钼柠酮重量法和容量法并列，以重量法为仲裁法。

3.2 色度的测定

我国公告采用 GB/T 605 规定的铂-钴目视比色法测定，这种方法是测定色度最经典的方法，因此本次制定标准直接引用 GB/T 605《化学试剂色度测定通用方法》。

3.3 总有机碳含量的测定

GB 1886.15—2015 和我国公告均采用有机碳（TOC）分析仪法测定总有机碳，目前有机碳（TOC）分析仪的使用已非常普遍，该方法非常经典，测定结果准确可靠，分析成本低，适合企业分析使用。根据目前对企业的调查发现，总有机碳分析仪分为湿化学氧化法和催化氧化燃烧法两种。因此本次制定标准确定采用这两种总有机碳分析仪测定总有机碳含量。

3.4 易氧化物含量的测定

GB 1886.15—2015 和我国公告均采用氧化还原滴定法测定易氧化物含量，在过量酸性硫酸铈标

准滴定溶液中加入样品，样品中的易氧化物与硫酸铈发生反应，过量的硫酸铈用硫酸亚铁铵标准溶液进行滴定，以邻菲啰啉-亚铁为指示剂。该方法经生产企业和用户多年验证，测定结果可靠，因此本次制定标准确定直接引用 GB 1886.15。

3.5　氯化物含量的测定

JECFA 标准规定使用目视限量比浊法，我国公告也使用该方法进行测定，这种方法是利用硝酸银与少量的氯化物反应生成白色氯化银沉淀，沉淀悬浮于溶液中产生白色的浊度，通过与标准溶液比较浊度判断结果。该方法是测定微量氯化物的常用方法，操作简单方便，适合工厂分析。因此本次制定标准拟定等同于 JECFA 标准，使用目视限量比浊法进行测定。

3.6　硝酸盐的测定

只有 JECFA 规定了硝酸盐含量的测定方法，原理是基于硝酸盐可以定量使靛蓝试剂褪色。方法规定在定量的试样中加入定量的靛蓝试剂，经硫酸酸化后，5min 内蓝色不完全消失即为符合指标 0.0005%，该操作属于目视限量比色法，操作相对简单，适合工厂快速分析。本次制定标准确定等同于 JECFA 规定的方法。

3.7　硫酸盐含量的测定

JECFA 采用是目视限量比浊法，我国公告采用的是电感耦合等离子体发射光谱法（以下简称 ICP-OES）。目视限量比浊法是利用氯化钡与少量的硫酸盐反应生成白色硫酸钡沉淀，沉淀悬浮于溶液中产生白色的浊度，通过与标准溶液比较浊度判断结果。电感耦合等离子体发射光谱法（以下简称 ICP-OES）测定硫酸盐含量，具有分析速度快，化学干扰少，精密度好的优点，并可以测定出明确的分析结果。ICP-OES 法测定硫酸盐含量的加入回收数据，两家企业的回收率在 91%～106%之间，满足杂质分析的要求。因此本次制定标准确定使用电感耦合等离子体发射光谱法测定硫酸盐含量。

3.8　铁含量的测定

只有我国公告中规定了铁含量的测定，采用 ICP-OES 法。无机化工产品中铁含量的通用方法为 1,10-菲啰啉分光光度法，本次制定标准做了两种方法的对比数据和 ICP-OES 法的加入回收试验，从两家企业提供的对比试验数据看，两种方法测定结果相差不大，ICP-OES 法加入回收率在 99%～107%之间，符合杂质分析的要求，因此本标准确定采用 ICP-OES 法与 GB/T 3049 规定的 1,10-菲啰啉分光光度法两方法并列。

3.9　砷含量的测定

JECFA 标准使用二乙氨基二硫代甲酸银限量比色法，GB 1886.15—2015 和我国公告均采用二乙氨基二硫代甲酸银限量比色法和砷斑法并列，以二乙氨基二硫代甲酸银限量比色法为仲裁法。GB 1886.15—2015 标准实施多年，经企业验证，测定结果准确可靠。本次制定标准确定直接引用 GB 1886.15。

3.10　氟化物含量的测定

JECFA 标准中氟化物含量的测定采用的是硝酸钍比色法或氟离子选择电极法，GB 1886.15—2015 和公告均使用的是氟离子选择电极法。硝酸钍比色法是在试样中加入高氯酸，经过蒸馏将试样中的氟蒸出并收集蒸馏液，蒸馏液中加入茜素磺酸钠和硝酸钍溶液，通过目视法与对照管比较判断结果。该方法操作步骤十分复杂，测定时间很长。氟离子选择电极法是国内外普遍采用的分析方法，该方法使用的仪器简单，电极选择性好，使用范围宽，经我国生产企业和检验机构多年验证，测定结果准确可靠。因此本次制定标准确定直接引用采用 GB 1886.15。

3.11　铅含量的测定

JECFA 标准使用火焰原子吸收分光光度法，我国公告则使用 ICP-OES 法。火焰原子吸收分光光度法测定铅的灵敏度较低，考虑到硫酸盐已经使用 ICP-OES 法，因此本次制定标准确定铅含量使用 ICP-OES 法进行测定。

3.12　镉含量的测定

GB 1886.15—2015 和我国公告均采用 ICP-OES 法测定镉含量，本次制定标准确定采用该方法进行测定。

三、国内国际相关标准情况

目前收集到国外标准有 JECFA（专论 1）-2006《磷酸》（以下简称 JECFA）、FCC8《磷酸》，日本食品添加物公定书-第八版《磷酸》（以下简称日本公定书）。收集到国内相关标准：GB 1886.15—2015《食品安全国家标准 食品添加剂 磷酸》，新品种公告《磷酸（湿法）》（国家卫生和计划生育委员会 2016 年第 8 号）（以下简称公告）。

四　其他需要再网上公开说明的事项

无。

附表 1：

国内外标准指标对比表

项　　目	JECFA（专论 1）-2006	FCC8	日本食品添加物公定书-第八版	GB 1886.15—2015 食品添加剂 磷酸	国家卫生和计划生育委员会 2016 年第 8 号）《磷酸（湿法）》	本次制定标准
磷酸（H_3PO_4）*w*/% ≥	75	75.0～85.0	75.0	75.0～86.0	75.0～86.0	75.0～86.0
溶液澄清度和颜色			无色且几乎澄明		色度≤20 黑曾	色度≤20 黑曾
硝酸盐（$N0_3$）*w*/% ≤	0.0005					0.0005
挥发酸（mg/kg） ≤	10					
氯化物（以 Cl 计）*w*/% ≤	0.02				0.0007	0.0007
硫酸盐（以 SO_4 计）*w*/% ≤	0.15		0.14		0.01	0.01
氟化物（以 F 计）/（mg/kg）≤	10	10		10	10	10
砷（As）/（mg/kg） ≤	3	3	（以 As_2O_3 计）4	0.5	0.5	1.0
铅（Pb）/（mg/kg） ≤	4	3			2.0	2.0
易氧化物（以 H_3PO_3 计）*w*/% ≤				0.012	0.008	0.008
总有机碳（以 C 计）*w*/% ≤					0.006	0.006
铁（Fe）*w*/% ≤					0.001	0.001
镉（Cd）/（mg/kg） ≤					2.0	2.0
重金属（以 Pb 计）/（mg/kg）≤			10	5.0	5.0	
钙（Ca）/（mg/kg） ≤		3				
汞（Hg）*w*/% ≤					0.0001	
比重/（mg/L） ≥			1.579			

附表 2：

国内外标准试验方法对比表

项　　目	JECFA（专论 1）-2006	FCC8	日本食品添加物公定书-第八版	GB 1886.15—2015 食品添加剂 磷酸	国家卫生和计划生育委员会 2016 年第 8 号）《磷酸（湿法）》	本次制定标准
磷酸的测定	酸碱滴定法（1.00g 试样，百里酚酞，1 mol/L NaOH）	电位滴定法（1.5g 试样，酸度计 pH8.9～9.2，1 mol/L NaOH）	酸碱滴定法（1.5g 试样，百里酚酞，1 mol/L NaOH）	仲裁法：喹钼柠酮重量法 容量法：酸碱滴定法（1.5g 试样，百里酚酞，1 mol/L NaOH）	仲裁法：喹钼柠酮重量法 容量法：酸碱滴定法（1.5g 试样，百里酚酞，1 mol/L NaOH）	GB 1886.15
硝酸盐的测定	靛蓝半定量反应（3.48g 试样，蓝色 5min 之内不消失）					靛蓝褪色反应（3.48g 试样，蓝色 5min 之内不消失）
氯化物的测定	目视限量比浊法（1.78g，限量：1.0mL 0.01 mol/L HCL）				目视限量比浊法（4.00g 试样→25mL）	目视限量比浊法（4.00g 试样→25mL）
硫酸盐的测定	目视限量比浊法（1.25g 试样）		目视限量比浊法（0.20g 试样→50mL）		电感耦合等离子体发射光谱法（3g～4g 试样→100mL）	电感耦合等离子体发射光谱法（3g～4g 试样→100mL）
氟化物的测定	硝酸钍比色法或氟离子选择电极法	氟离子选择电极法（5g 试样+30mL 水，80℃～90℃保温 10min→100mL）		氟离子选择电极法（10g 试样→100mL）	氟离子选择电极法（10g 试样→100mL）	GB 1886.15
砷（As）的测定	二乙氨基二硫代甲酸银限量比色法（1.5g 试样，限量：3μgAs +1.5g 试剂级磷酸）	电感耦合等离子体发射光谱法（1g 试样）	二乙氨基二硫代甲酸银限量比色法（0.5g 试样）和砷斑法	仲裁法：二乙氨基二硫代甲酸银限量比色法（10g 试样） 砷斑法（10g 试样）	仲裁法：二乙氨基二硫代甲酸银限量比色法（10g 试样） 砷斑法（10g 试样）	GB 1886.15
铅（Pb）的测定	原子吸收分光光度法	APDC 萃取-原子吸收分光光度法			电感耦合等离子体发射光谱法（8.5g 试样→100mL）	电感耦合等离子体发射光谱法（3g～4g 试样→100mL）
挥发酸的测定	定性反应（60.05g 试样蒸馏，50mL 蒸馏液，酚酞，≤0.1mL 0.1mol/L NaOH）					

附表 2（续）

项　　目	JECFA（专论 1）-2006	FCC8	日本食品添加物公定书-第八版	GB 1886.15—2015 食品添加剂 磷酸	国家卫生和计划生育委员会 2016 年第 8 号）《磷酸（湿法）》	本次制定标准
澄清度和颜色色度			目视法（4mL 试样+16mL 乙醇）	铂-钴目视比色法	铂-钴目视比色法	GB/T 605（铂-钴目视比色法）
易氧化物的测定				氧化还原滴定法（10g 试样，邻菲啰啉-亚铁，0.1mol/L 硫酸亚铁铵返滴定）	氧化还原滴定法（10g 试样，邻菲啰啉-亚铁，0.1mol/L 硫酸亚铁铵返滴定）	GB 1886.15
总有机碳的测定					有机碳（TOC）分析仪法（3g 试样）	有机碳（TOC）分析仪法（3g 试样）
铁（Fe）的测定					电感耦合等离子体发射光谱法（3g～4g 试样→100mL）	电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)与 GB/T 3049 并列
镉（Cd）					电感耦合等离子体发射光谱法（8.5g 试样→100mL）	电感耦合等离子体发射光谱法（3g～4g 试样→100mL）
汞（Hg）					氢化物-原子荧光光度计法（0.5g 试样→100mL）	
重金属的测定			硫化氢目视限量比色法（2.0g 试样→50mL）	硫化钠目视限量比色法（5.0g 试样→50mL）	硫化钠目视限量比色法（5.0g 试样→50mL）	
钙（Ca）的测定		电感耦合等离子体发射光谱法（2.5g 试样+2.5mLHNO_3+500μL10μg/mL 钇内标				
比重的测定			比重瓶法、奥斯瓦尔德-斯普林格比重管法、液体比重计法、振荡换能器密度计法			