中 华 人 民 共 和 国 国 家 标 准

GBXXXX—XXXX

食品安全国家标准
食品添加剂　磷酸（湿法）

（征求意见稿）

201×-××-××发布　　201×-××-××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

食品安全国家标准
食品添加剂　磷酸（湿法）

1　范围

本标准适用于湿法粗磷酸经除杂、溶剂萃取和精制等净化过程制得的食品添加剂磷酸（湿法）。

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 2016 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	GB 1886.15
色度/黑曾　　≤	20	GB/T 605

表 2（续）

项　　目	指　　标	检验方法
总有机碳（以 C 计），*w*/%　　≤	0.006	附录 A 中 A.4
易氧化物（以 H_3PO_3 计），*w*/%　　≤	0.008	GB 1886.15
氯化物（以 Cl 计），*w*/%　　≤	0.0007	附录 A 中 A.5
硝酸盐（以 NO_3 计），*w*/%　　≤	0.0005	附录 A 中 A.6
硫酸盐（以 SO_4 计），*w*/%　　≤	0.01	附录 A 中 A.7
铁（Fe）/（mg/kg）　　≤	10	附录 A 中 A.7 或 GB/T 3049
砷（As）/（mg/kg）　　≤	1.0	GB 1886.15
氟化物（F）/（mg/kg）　　≤	10	GB 1886.15
铅（Pb）/（mg/kg）　　≤	2.0	附录 A 中 A.7
镉（Cd）/（mg/kg）　　≤	2.0	附录 A 中 A.7

附 录 A

检验方法

A.1 警示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性、腐蚀性及易燃性，操作者须小心谨慎！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中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按GB/T 602、GB/T 603之规定制备。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 氨水。

A.3.1.2 氢氧化钠溶液：40 g/L。

A.3.1.3 硝酸银溶液：10 g/L。

A.3.1.4 酚酞指示液：10 g/L。

A.3.1.5 硝酸溶液：5%。量取60 mL硝酸，用水稀释至1000 mL。

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，1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，该沉淀能溶于硝酸溶液或氨水。

A.4 总有机碳（以C计）的测定

A.4.1 湿化学氧化法

A.4.1.1 方法提要

试样在酸性条件下，通入氮气吹扫去除无机碳，经过硫酸钠氧化，在100℃下迅速生成为二氧化碳，通过红外线分析仪检测出有机碳的含量。

A.4.1.2 试剂和材料

A.4.1.2.1 过硫酸钠溶液：100 g/L。称取100 g过硫酸钠，溶解于适量无二氧化碳的水中，用无二氧化碳的水稀释到1000 mL。

A.4.1.2.2 磷酸溶液：5%。量取59 mL磷酸，用无二氧化碳的水稀释到1000 mL。

A.4.1.2.3 碳标准储备溶液：1 mL溶液含碳（C）1.0 mg。称取2.1254 g在120 ℃±2 ℃干燥2 h的基准邻苯二甲酸氢钾，加无二氧化碳的水溶解，移入1000 mL容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。

A.4.1.2.4 碳标准使用溶液：1 mL溶液含碳（C）0.1 mg。用移液管移取10 mL碳标准储备溶液（见A.4.1.2.3），置于100 mL容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。

A.4.1.2.5 无二氧化碳的水。

A.4.1.3 仪器和设备

总有机碳（TOC）分析仪：使用的高纯氮符合GB/T 8979的要求。

A.4.1.4 分析步骤

A.4.1.4.1 标准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 的碳标准使用溶液，置于 100 mL 容

量瓶中，用无二氧化碳的水稀释到刻度，摇匀。将总有机碳（TOC）分析仪调至最佳试验条件，按照浓度从低到高的顺序依次进行测定，每测一个标准溶液仪器自动吸入 5.00 mL 对应标准溶液、0.50 mL 磷酸溶液、1.00 mL 过硫酸钠溶液。反应完全后，仪器自动测量标准曲线溶液的峰面积，从每个标准溶液的峰面积中减去空白溶液的峰面积，以碳的质量浓度（mg/L）为横坐标，对应的峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

A.4.1.4.2　测定

称取约 3 g 试样，精确至 0.01 g。置于 100 mL 容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。用总有机碳（TOC）分析仪进行测定，仪器自动依次吸入 5.00 mL 试样溶液、0.50 mL 磷酸溶液、1.00 mL 过硫酸钠溶液。反应完全后，仪器自动测量试样溶液的峰面积，从标准曲线上查出试样溶液中碳的质量浓度（mg/L）。

A.4.1.5　结果计算

总有机碳（以 C 计）的质量分数 w_1，按式（A.1）计算：

$$w_1 = \frac{\rho \times 0.1}{m_1 \times 1000} \times 100\ \% \qquad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots（A.1）$$

式中：

ρ ——从标准曲线上查出的试样溶液中碳的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

0.1 ——试样溶液的体积，单位为升（L）；

m_1 ——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 0.0005 %。

A.4.2　催化氧化燃烧法

A.4.2.1　方法提要

注射样品到燃烧炉高温区，样品中总有机碳在催化剂和氧气氛围中被分解为二氧化碳。产生的二氧化碳通过干燥单元干燥后被输送到非色散红外检测器。使用标准曲线法测定样品中的总碳含量和无机碳含量。总有机碳（TOC）等于总碳（TC）减去无机碳（IC）。

A.4.2.2　试剂和材料

A.4.2.2.1　总碳标准储备溶液：1 mL溶液含碳（C）1.0 mg。称取2.1254 g在120 ℃±2 ℃干燥2 h的基准邻苯二甲酸氢钾，加无二氧化碳的水溶解，移入1000 mL容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。

A.4.2.2.2　总碳标准使用溶液：1 mL溶液含碳（C）0.1 mg。用移液管移取10 mL总碳标准储备溶液（见A.4.2.2.1），置于100 mL容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。

A.4.2.2.3　无机碳标准储备溶液：1 mL溶液含碳（C）1.0 mg。称取3.50 g预先在硅胶干燥器中干燥2 h的碳酸氢钠和4.41 g在280 ℃～290 ℃干燥1 h的基准碳酸钠，加无二氧化碳的水溶解，移入 1000 mL容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。

A.4.2.2.4　无机碳标准使用溶液：1 mL溶液含碳（C）0.01 mg。用移液管移取1.00 mL无机碳标准储备溶液（见A.4.2.2.3），置于100 mL容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。

A.4.2.2.5　无二氧化碳的水。

A.4.2.3　仪器和设备

总有机碳（TOC）分析仪：使用的高纯氧符合GB/T 14599的要求。

A.4.2.4　分析步骤

A.4.2.4.1　标准曲线的绘制

分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 的总碳标准使用溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释到刻度，摇匀。将总有机碳（TOC）分析仪调至最佳试验条件，吸取标准溶液测量峰面积，从每个标准溶液的峰面积中减去空白溶液的峰面积，以碳的质量浓度（mg/L）为横坐标，对应的峰面积为纵坐标，绘制总碳标准曲线。

分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL 的无机碳标准使用溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释到刻度，摇匀。将总有机碳（TOC）分析仪调至最佳试验条件，吸取标准溶液测量峰面积，从每个标准溶液的峰面积中减去空白溶液的峰面积，以碳的质量浓度（mg/L）为横坐标，对应的峰面积为纵坐标，绘制无机碳标准曲线。

A.4.2.4.2　测定

称取约 3 g 试样，精确至 0.01 g。置于 100 mL 容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。用总有机碳（TOC）分析仪分别测定试样溶液中总碳和无机碳产生的峰面积，分别从总碳标准曲线和无机碳标准曲线上查出试样溶液中总碳和无机碳的质量浓度（mg/L）。

A.4.2.5　结果计算

总有机碳（以 C 计）的质量分数 w_1，按式（A.2）计算：

$$w_1 = \frac{(\rho_{TC} - \rho_{IC}) \times 0.1}{m_2 \times 1000} \times 100\ \% \qquad \cdots\cdots（A.2）$$

式中：

ρ_{TC} ——从标准曲线上查出的试样溶液中总碳的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ_{IC} ——从标准曲线上查出的试样溶液中无机碳的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

0.1 ——试样溶液的体积，单位为升（L）；

m_2 ——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 0.0005 %。

A.5　氯化物（以Cl计）的测定

A.5.1　方法提要

在硝酸介质中，试样中的氯化物与加入的硝酸银形成氯化银沉淀，通过与标准比浊液比较，确定试样中氯化物的含量。

A.5.2　试剂和材料

A.5.2.1　硝酸溶液：1+2。

A.5.2.2　硝酸银溶液：17 g/L。

A.5.2.3　氯化物标准溶液：1mL溶液含氯（Cl）0.010 mg。用移液管移取10.00 mL按GB/T 602制备氯化物标准溶液，置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

A.5.3　分析步骤

称取 5.00 g±0.01 g 试样，置于 25 mL 比色管中。加水至体积约 20 mL，依次加入 2 mL 硝酸溶液和 1 mL 硝酸银溶液，用水稀释至刻度，摇匀。放置 10 min，与标准比浊液比较。试样溶液的浊度不应大于标准比浊液。

标准比浊液的制备：用移液管移取 3.5 mL 氯化物标准溶液，置于 25 mL 比色管中，与试样同时同样处理。

A.6　硝酸盐（以NO_3计）的测定

A.6.1 试剂和材料

A.6.1.1 硫酸。

A.6.1.2 氯化钠。

A.6.1.3 靛蓝溶液：称取0.18 g靛蓝二磺酸钠（$C_{16}H_8O_8N_2S_2Na_2$），溶解于100 mL水中。使用期为60天。

A.6.2 分析步骤

称取 3.48 g±0.01 g 试样，置于 25 mL 比色管中，加适量水溶解并稀释至 10 mL，加 0.005 g 氯化钠，摇动至溶解，加 0.1 mL 靛蓝溶液和 10 mL 硫酸。5 min 之内蓝色不消失即为试样中硝酸盐（以 NO_3 计）小于等于 0.0005 %。

A.7 硫酸盐（以SO_4计）、铁（Fe）、铅（Pb）、镉（Cd）的测定

A.7.1 方法提要

使用电感耦合等离子体发射光谱法测定试样溶液中待测元素特征发射光谱的强度，采用标准曲线法测定试样溶液中的各待测元素含量。

A.7.2 试剂和材料

A.7.2.1 硝酸溶液：1+1。

A.7.2.2 硫酸盐标准溶液：1 mL溶液含硫酸盐（SO_4）0.1 mg。

A.7.2.3 铁标准溶液：1 mL溶液含铁（Fe）0.1 mg。

A.7.2.4 铅标准溶液：1 mL溶液含铅（Pb）0.1 mg。

A.7.2.5 镉标准溶液：1 mL溶液含镉（Cd）0.1 mg。

A.7.2.6 水：符合GB/T 6682规定的二级水。

A.7.3 仪器和设备

电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）。

A.7.4 分析步骤

A.7.4.1 仪器工作条件

仪器参考工作条件见表A.1。

表A.1 ICP-OES仪器参考工作条件

项目	等离子体流量/（L/min）	辅助气流量/（L/min）	雾化器气体流量/（L/min）	进样量/（L/min）	积分时间/s
参数	15	0.2	0.6	1.8	10～30

A.7.4.2 系列标准溶液的制备

按表 A.2 分别配制系列标准溶液Ⅰ和系列标准溶液Ⅱ。

表A.2 系列标准溶液制备中试剂加入量

系列标准溶液名称	标准溶液含有的离子种类	标准溶液加入量/mL	硝酸溶液加入量/mL	容量瓶容积/mL	系列标准溶液浓度范围/（mg/L）
Ⅰ	SO_4	0.00、2.50、5.00、10.00	5.0	100	0～10.0
Ⅱ	Fe	0.00、1.00、2.00、3.00	5.0	100	0～3.0
	Pb、Cd	0.00、0.50、1.00、2.00			0～2.0

A.7.4.3 标准曲线的绘制

按照电感耦合等离子体发射光谱的操作规程，调节仪器至最佳工作状态。使用表A.3列出的测定波长，将系列标准溶液由低浓度到高浓度依次导入ICP-OES，测定各待测元素的发射光谱强度。以

扣除试剂空白的发射光谱强度值为纵坐标，系列标准溶液中待测元素对应的质量浓度（mg/L）为横坐标，绘制待测元素标准曲线。

表A.3　元素测定波长

元素	S	Fe	Pb	Cd
测定波长/nm	181.975	238.204	220.353	228.802

A.7.4.4　测定

称取3 g～4 g试样，精确至0.0002 g。置于100 mL容量瓶中，加入5 mL硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。同时制备空白试样溶液。

按照电感耦合等离子体发射光谱的操作规程，使用与标准曲线绘制时相同的仪器工作条件和待测元素测定波长，测量试样溶液和空白试样溶液中被测元素的发射光谱强度，根据试样溶液和空白试样溶液产生的发射光谱强度计算出试样溶液中各待测元素的质量浓度（mg/L）。

A.7.5　结果计算

硫酸盐的质量分数w_2，按式（A.3）计算：

$$w_2 = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 0.1}{m_3 \times 1000} \times 100\ \% \quad \cdots\cdots (A.3)$$

式中：

ρ_1　——由标准曲线上查得试样溶液中硫酸盐的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ_0　——由标准曲线上查得空白试样溶液中硫酸盐的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

0.1　——试样溶液的体积，单位为升（L）；

m_3　——试样的质量，单位为克（g）；

1000——换算系数。

铁（Fe）[或铅（Pb）、镉(（Cd）]质量分数w_3，数值以毫克每千克（mg/kg）表示，按式（A.4）计算：

$$w_3 = \frac{(\rho_3 - \rho_2) \times 0.1 \times 1000}{m_3} \quad \cdots\cdots (A.4)$$

式中：

ρ_3 ——由标准曲线上查得试样溶液中待测元素的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ_2　——由标准曲线上查得空白试样溶液中待测元素的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

0.1 ——试样溶液的体积，单位为升（L）；

1000——换算系数；

m_3　——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表 A.4 的规定。

表 A.4　两次独立测定结果的绝对差值

项目	硫酸盐	铁	铅	镉
绝对差值	0.0005 %	2 mg/kg	0.5 mg/kg	0.5 mg/kg