



# 中华人民共和国国家标准

GB 1886.4—2015

---

## 食品安全国家标准

### 食品添加剂 六偏磷酸钠

2015-11-13 发布

2016-05-13 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 1890—2005《食品添加剂 六偏磷酸钠》。

本标准与 GB 1890—2005 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 六偏磷酸钠”。

# 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状态
状态	玻璃片状或粒状	

#### 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), $w/\%$	$\geq$ 68.0	附录 A 中 A.4
非活性磷酸盐(以 $P_2O_5$ 计), $w/\%$	$\leq$ 7.5	附录 A 中 A.5
水不溶物, $w/\%$	$\leq$ 0.06	附录 A 中 A.6
铁(Fe), $w/\%$	$\leq$ 0.02	附录 A 中 A.7
pH	5.8~6.5	附录 A 中 A.8
砷(As)/(mg/kg)	$\leq$ 3.0	GB 5009.76
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	$\leq$ 10.0	GB 5009.74
氟化物(以 F 计), $w/\%$	$\leq$ 0.003	附录 A 中 A.9

## 附录 A 检验方法

### A.1 警示

本检验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,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。

### 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,均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准溶液、杂质标准溶液、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 的规定配制。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 盐酸。

A.3.1.2 氨水溶液:2+3。

A.3.1.3 硝酸银氨溶液:称取 1 g 硝酸银,加 20 mL 水溶解,在不断搅拌下加氨水溶液至最初形成的沉淀全部溶解,过滤。

A.3.1.4 硝酸溶液:1+9。

A.3.1.5 钼酸铵溶液:称取 7.5 g 钼酸铵,用 20 mL 水溶解,在搅拌下缓慢地加入 30 mL 硝酸溶液和 30 mL 水,静置 24 h,用玻璃砂坩埚过滤。

#### A.3.2 鉴别方法

##### A.3.2.1 钠离子鉴别方法

取铂丝,用盐酸润湿后,先无色火焰上燃烧至无色,再蘸取试样在无色火焰中燃烧,火焰即显鲜黄色。

##### A.3.2.2 磷酸盐鉴别方法

A.3.2.2.1 方法一:取试样的中性溶液,加硝酸银氨溶液即产生黄色沉淀,在氨水溶液中或在硝酸溶液中均易溶解。

A.3.2.2.2 方法二:取试样溶液,加钼酸铵溶液和硝酸溶液即产生黄色沉淀,分离,沉淀能在氨溶液中溶解。

### A.4 总磷酸盐(以 $P_2O_5$ 计)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,加入喹钼柠酮溶液后生成磷钼酸喹啉沉淀,过滤、洗涤、

称量。

#### 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 进行配制。

#### A.4.3 仪器和设备

玻璃砂坩埚:滤板孔径为 5 μm~15 μm。

#### A.4.4 分析步骤

##### A.4.4.1 试样溶液的制备

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,全部转移到 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。必要时过滤。此试样溶液用于总磷酸盐、非活性磷酸盐的测定。

##### A.4.4.2 测定

用移液管移取 10 mL 试样溶液,置于 400 mL 高型烧杯中,加入 15 mL 硝酸溶液和 70 mL 水,微沸 15 min,趁热加入 50 mL 喹钼柠酮溶液,盖上表面皿,保温 10 min(在加入试剂和加热过程中,不得使用明火,不得搅拌,以免凝结成块),冷却至室温。用已在 180 °C ± 5 °C 下干燥约 45 min 至恒量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 °C ± 5 °C 下干燥约 45 min 或于 250 °C ± 5 °C 下干燥约 30 min,至恒量,在干燥器中冷却,称重。

#### A.4.5 结果计算

总磷酸盐(以 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 计)的质量分数  $w_1$ ,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 \times 0.032\ 07}{m_2 \times \frac{10}{500}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

$m_1$  ——磷钼酸喹啉沉淀的质量,单位为克(g);

0.032 07——磷钼酸喹啉与五氧化二磷的换算系数;

$m_2$  ——试样的质量,单位为克(g);

$\frac{10}{500}$  ——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 0.3%。

#### A.5 非活性磷酸盐(以 P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 计)的测定

##### A.5.1 方法提要

在试样溶液中加入氯化钡,与六偏磷酸钠生成沉淀,过滤。在滤液中加入酸,使其余磷酸盐水解为正磷酸盐,加入喹钼柠酮溶液后生成磷钼酸喹啉沉淀,过滤、洗涤、称量。

## 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 进行配制。

A.5.2.3 氯化钡( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )溶液:250 g/L。

## A.5.3 仪器和设备

玻璃砂坩埚:滤板孔径为  $5\ \mu\text{m} \sim 15\ \mu\text{m}$ 。

## A.5.4 分析步骤

用移液管移取 50 mL 试样溶液(A.4.4.1),置于 100 mL 容量瓶中。在不断摇动下加入 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,加入 15 mL 硝酸溶液和 35 mL 水,煮沸 15 min,趁热加入 20 mL 喹钼柠酮溶液,煮沸 1 min,冷却至室温。

用已恒量的玻璃砂坩埚以倾析法过滤,在烧杯中洗涤沉淀三次,每次用水 15 mL,将沉淀移入玻璃砂坩埚中,继续用水洗涤(所用洗涤水共约 150 mL),于  $180\ \text{℃} \pm 5\ \text{℃}$  下干燥约 45 min 或于  $250\ \text{℃} \pm 5\ \text{℃}$  下干燥约 30 min,至恒量,在干燥器中冷却,称重。

## A.5.5 结果计算

非活性磷酸盐(以  $\text{P}_2\text{O}_5$  计)的质量分数  $w_2$ ,按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{m_3 \times 0.032\ 07}{m_4 \times \frac{50}{500}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(\text{A.2})$$

式中:

$m_3$  ——磷钼酸喹啉沉淀的质量,单位为克(g);

0.032 07——磷钼酸喹啉与五氧化二磷的换算系数;

$m_4$  ——试样的质量,单位为克(g);

$\frac{50}{500}$  ——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 0.3%。

## A.6 水不溶物的测定

### A.6.1 仪器和设备

玻璃砂坩埚:滤板孔径为  $5\ \mu\text{m} \sim 15\ \mu\text{m}$ 。

### A.6.2 分析步骤

称取约 30 g 研磨后的试样(精确至 0.01 g),置于 400 mL 烧杯中,加入 200 mL 水,加热至沸腾,充分溶解,趁热用已于  $105\ \text{℃} \sim 110\ \text{℃}$  下干燥至恒重的玻璃砂坩埚过滤,用热水洗涤 10 次(每次用水 20 mL),在  $105\ \text{℃} \sim 110\ \text{℃}$  下干燥至恒量。

### A.6.3 结果计算

水不溶物的质量分数  $w_3$ ,按式(A.3)计算:

$$w_3 = \frac{m_5 - m_6}{m_7} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

$m_5$ ——水不溶物和玻璃砂坩埚的质量,单位为克(g);

$m_6$ ——玻璃砂坩埚的质量,单位为克(g);

$m_7$ ——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%。

## A.7 铁(Fe)的测定

### A.7.1 方法提要

用抗坏血酸将试样溶液中三价铁离子还原成二价铁离子,在 pH 为 2~9 时,二价铁离子与邻菲罗啉生成橙红色络合物,用分光光度计在最大吸收波长 510 nm 处测量吸光度。

### A.7.2 试剂和材料

按照 GB/T 3049—2006 中的第 4 章。

### A.7.3 仪器和设备

按照 GB/T 3049—2006 中的第 5 章。

### A.7.4 分析步骤

#### A.7.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 中 6.3 的规定,使用 4 cm 或 5 cm 吸收池及相应的铁标准溶液,绘制工作曲线。

#### A.7.4.2 试样溶液的制备

称取约 3 g 试样(精确至 0.01 g),置于 250 mL 烧杯中,用少量水润湿,加盖表面皿后沿烧杯壁缓慢加入 10 mL 盐酸,使试样完全溶解。加入 50 mL 水,加热煮沸 15 min,冷却,全部转移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。准确移取 25 mL 此溶液置于 100 mL 容量瓶中,备用。

#### A.7.4.3 空白溶液的制备

除不加试样外,加入的其他试剂量与试样溶液的制备完全相同,并同时处理。

#### A.7.4.4 试样测定

在装有试样溶液和空白溶液的容量瓶中,加水至 60 mL,以下操作按 GB/T 3049—2006 中 6.4 的规定,从“用氨水溶液或盐酸溶液调节 pH 为 2……”开始,至“……测定两个试液的吸光度”为止。

选用与 A.7.4.1 中规格相同的吸收池(4 cm 或 5 cm 吸收池),按 GB/T 3049—2006 中 6.4 的规定测量吸光度,从工作曲线上查出试样溶液和空白溶液中铁的质量。

### A.7.5 结果计算

铁(Fe)的质量分数  $w_4$ ,按式(A.4)计算:

$$w_4 = \frac{m_8 - m_9}{m_{10} \times \frac{25}{250} \times 10^6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

$m_8$  ——从工作曲线上查得的试样溶液中铁的质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m_9$  ——从工作曲线上查得的空白溶液中铁的质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m_{10}$  ——试样的质量,单位为克(g);

$\frac{25}{250}$  ——换算系数;

$10^6$  ——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 0.001%。

## A.8 pH 的测定

### A.8.1 仪器和设备

酸度计:精度 0.02pH。配有饱和甘汞电极和玻璃电极。

### A.8.2 分析步骤

称取 1.00 g $\pm$ 0.01 g 试样,置于 250 mL 烧杯中,用 100 mL 不含二氧化碳的水溶解。在室温下用酸度计,以饱和甘汞电极作参比电极,以玻璃电极作测量电极测定溶液的 pH。

## A.9 氟化物(以 F 计)的测定

### A.9.1 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,用工作曲线法测量氟含量。

### A.9.2 试剂和材料

A.9.2.1 盐酸溶液:1+4。

A.9.2.2 调节总离子强度缓冲溶液(TISAB):临用时配制。

A.9.2.3 氟标准溶液:1 mL 含氟(F)10  $\mu\text{g}$ 。

### A.9.3 仪器和设备

A.9.3.1 氟电极。

A.9.3.2 甘汞电极。

A.9.3.3 电位计。

A.9.3.4 磁力搅拌器。



#### A.9.4 分析步骤

##### A.9.4.1 氟标准工作溶液的配制

在 5 个 50 mL 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 氟标准溶液,准确加入 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。

##### A.9.4.2 试样溶液的配制

称取 1 g 试样(精确至 0.01 g),准确加入 4 mL 盐酸溶液和 25 mL 总离子强度缓冲溶液溶解,置于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

##### A.9.4.3 测定

将氟电极和甘汞电极与电位计的负端和正端连接,将电极插入盛有水的 50 mL 的聚乙烯烧杯中,预热仪器,在磁力搅拌器上恒速搅拌,读取平衡电位值。更换浸泡电极的水,至电极说明书中规定的电位值后,即可进行标准工作溶液和试样溶液的电位测定。

由低至高浓度分别测定氟标准工作溶液的平衡电位。以电极电位作纵坐标,氟离子浓度( $\mu\text{g/mL}$ )作横坐标,在半对数坐标纸上绘制标准曲线。

同样方法测定试样溶液的平衡电位,从标准曲线上查出试样的氟含量。

#### A.9.5 结果计算

氟(F)的质量分数  $w_5$ ,按式(A.5)计算:

$$w_5 = \frac{m_{11}}{m_{12} \times 10^6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.5)$$

式中:

$m_{11}$  ——从工作曲线上查得的试样溶液中氟的质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m_{12}$  ——试样的质量,单位为克(g);

$10^6$  ——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 0.01%。

