



中华人民共和国国家标准

GB 1903.16—2016

食品安全国家标准

食品营养强化剂 焦磷酸铁

2016-12-23 发布

2017-06-23 实施

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会
国家食品药品监督管理总局 发布

食品安全国家标准

食品营养强化剂 焦磷酸铁

1 范围

本标准适用于以焦磷酸钠、硫酸亚铁(或三氯化铁)为原料,经反应合成、过滤、洗涤、干燥而制得的食品营养强化剂焦磷酸铁。

2 化学名称、分子式和相对分子质量

2.1 化学名称

焦磷酸铁

2.2 分子式

$\text{Fe}_4(\text{P}_2\text{O}_7)_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$

2.3 相对分子质量

745.22(无水物)(按 2013 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	黄白色至黄褐色	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘或烧杯中,在自然光线下观察其色泽和状态,嗅其气味
状态	粉末	
气味	微有铁腥味	

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
铁含量(Fe), $w/\%$	24.0~26.0	附录 A 中 A.4
灼烧减量, $w/\%$	\leq 20.0	附录 A 中 A.5
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq 4.0	附录 A 中 A.6

表 2 (续)

项 目	指 标	检验方法
砷(As)/(mg/kg) ≤	3.0	附录 A 中 A.7
总汞(以 Hg 计)/(mg/kg) ≤	3.0	附录 A 中 A.8
氯化物(以 Cl 计), w/% ≤	3.55	附录 A 中 A.9
硫酸盐(以 SO ₄ 计) ^a , w/% ≤	0.12	附录 A 中 A.10
^a 硫酸盐只适用于以焦磷酸钠、三氯化铁为原料生产的产品。		

附录 A 检验方法

A.1 安全提示

本标准检验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时须小心谨慎。如溅到皮肤上,应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。在使用挥发性酸时,需在通风橱中进行。

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。本标准试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂和制品,在没有注明其他要求时均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。本试验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 盐酸溶液:1+1。

A.3.1.2 盐酸溶液:0.1 mol/L。

A.3.1.3 氢氧化钠溶液:1 mol/L。

A.3.1.4 溴酚蓝溶液:称取 100 mg 溴酚蓝,溶于 100 mL 乙醇(1+2)中,必要时过滤。

A.3.1.5 硫酸锌溶液:125 g/L。

A.3.2 仪器与设备

酸度计:精度 $\text{pH} \pm 0.01$ 。

A.3.3 分析步骤

A.3.3.1 铁离子鉴别

称取 0.50 g 试样,置于 100 mL 烧杯中,加 5 mL 盐酸溶液(1+1)溶解试样,加过量的 1 mol/L 氢氧化钠溶液,应生成红棕色沉淀。

A.3.3.2 焦磷酸根离子鉴别

将 A.3.3.1 试验溶液放置数分钟后过滤,弃去最初的数毫升滤液,在 5 mL 透明滤液中加 1 滴溴酚蓝溶液后,用 0.1 mol/L 盐酸溶液滴定至绿色。加 10 mL 硫酸锌溶液后,用 0.1 mol/L 盐酸溶液将 pH 调整至 3.8,应生成白色沉淀。

A.4 铁含量(Fe)的测定

A.4.1 第一法 重铬酸钾法

A.4.1.1 方法提要

试样用盐酸溶液溶解,用氯化亚锡还原,再用氯化汞氧化过量的氯化亚锡,以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准溶液滴定,以此测定试样中铁含量。

A.4.1.2 试剂和材料

A.4.1.2.1 盐酸溶液:1+2。

A.4.1.2.2 氯化亚锡溶液:称取优级纯氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)40 g溶于100 mL浓盐酸中。

A.4.1.2.3 硫酸-磷酸溶液:将75 mL浓硫酸缓慢加入至300 mL水中,冷却,加入75 mL磷酸,用水定容至500 mL。

A.4.1.2.4 氯化汞饱和溶液:称取64 g氯化汞,溶于986 mL水中。

A.4.1.2.5 二苯胺磺酸钠溶液:称取二苯胺磺酸钠300 mg,溶于100 mL水中。

A.4.1.2.6 重铬酸钾标准滴定溶液: $c\left(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\right)=0.1\text{ mol/L}$ 。

注意:氯化汞有剧毒!

A.4.1.3 分析步骤

精确称取试样3.5 g(精确至0.000 1 g),置250 mL烧杯中,加75 mL盐酸溶液(1+2)溶解试样,加热至沸腾,沸腾约5 min。冷却移入100 mL容量瓶,用盐酸溶液(1+2)定容、混匀,量取该溶液25 mL,置500 mL锥形瓶中,加入100 mL盐酸溶液(1+2),再煮沸5 min,边搅拌边滴加氯化亚锡溶液,直至黄色消失(铁正好还原)。过量加入2滴的氯化亚锡溶液,加50 mL水稀释,冷却至室温。在剧烈搅拌下加入15 mL氯化汞饱和溶液,放置5 min后加入15 mL硫酸-磷酸溶液。摇匀,加入0.5 mL二苯胺磺酸钠溶液,用0.1 mol/L重铬酸钾标准滴定溶液滴定至红紫色。

在测定的同时,按与测定相同的步骤,对不加试样而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

A.4.1.4 结果计算

铁含量(Fe)的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{c \times (V_1 - V_0) \times M \times 4}{m \times 1\,000} \times 100\% \quad \text{.....(A.1)}$$

式中:

- c ——重铬酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_1 ——试样消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_0 ——空白试验消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- M ——铁的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{Fe})=55.85\text{ g/mol}$];
- 4 ——稀释倍数;
- m ——试样的质量,单位为克(g);
- 1 000 ——换算因子。

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.4.2 第二法 碘量法

A.4.2.1 方法提要

在酸性介质中,试样中的三价铁与碘化钾作用生成游离碘,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,以此计算试样中的铁含量。

A.4.2.2 试剂和材料

A.4.2.2.1 盐酸溶液:1+2。

A.4.2.2.2 碘化钾。

A.4.2.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1\text{ mol/L}$ 。

A.4.2.2.4 淀粉指示液:5 g/L。

A.4.2.3 分析步骤

称取约 3.5 g 试样(精确至 0.000 1 g),置 250 mL 烧杯中,加 75 mL 盐酸溶液(1+2)溶解试样,加热至沸腾,沸腾约 5 min。冷却移入 100 mL 容量瓶,用盐酸溶液(1+2)定容、混匀,量取该溶液 15 mL 于碘量瓶中,加 3 g 碘化钾,于暗处放置 5 min。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,至淡黄色时,加 0.3 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失为终点。

在测定的同时,按与测定相同的步骤,对不加试样而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

A.4.2.4 结果计算

铁含量(Fe)的质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{c \times (V_1 - V_0) \times M}{m \times \frac{15}{100} \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(\text{A.2})$$

式中:

- c —— 硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_1 —— 试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_0 —— 空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- M —— 铁的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{Fe})=55.85\text{ g/mol}$];
- m —— 试样的质量,单位为克(g);
- 15 —— 量取试样溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 100 —— 容量瓶的容量,单位为毫升(mL)。

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.5 灼烧减量的测定

A.5.1 仪器和设备

高温炉:可控温度 $800\text{ }^\circ\text{C} \pm 25\text{ }^\circ\text{C}$ 。

A.5.2 分析步骤

称取约 1 g 试样(精确至 0.000 1 g),置于预先在 $800\text{ }^\circ\text{C} \pm 25\text{ }^\circ\text{C}$ 下灼烧至质量恒定的瓷坩埚中,于 $800\text{ }^\circ\text{C} \pm 25\text{ }^\circ\text{C}$ 高温炉中灼烧 1 h。放入干燥器中冷却至室温,称量。重复灼烧至前后两次称量相差不超过 0.5 mg 为恒重。

A.5.3 结果计算

灼烧减量的质量分数 w_3 ,按式(A.3)计算:

$$\omega_3 = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

m ——试样的质量,单位为克(g);

m_1 ——灼烧后试样的质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

A.6 铅(Pb)的测定

A.6.1 方法提要

试样经处理后,铅离子经三辛基氧化膦-甲基异丁基酮溶液萃取分离,样品溶液导入原子吸收分光光度计中,火焰原子化后,吸收 283.3 nm 共振线,其吸收量与铅含量成正比。

A.6.2 试剂和材料

A.6.2.1 盐酸溶液:3+1。

A.6.2.2 抗坏血酸溶液:100 mg/mL。

A.6.2.3 碘化钠溶液:192.5 mg/mL。

A.6.2.4 抗坏血酸-碘化钠溶液:量取 100 mL 抗坏血酸溶液和 100 mL 碘化钠溶液,混合均匀。

A.6.2.5 三辛基氧化膦-甲基异丁基酮溶液:称取 5.00 g 三辛基氧化膦,用甲基异丁基酮溶解,定容至 100 mL,配制成 50 mg/mL 三辛基氧化膦-甲基异丁基酮溶液。

A.6.2.6 铅标准储备液:准确称取 1.000 g 金属铅(99.99%),分次加少量硝酸,加热溶解,移入 1 000 mL 容量瓶,加水定容至刻度。混匀,此溶液每毫升含 1.0 mg 铅。

A.6.2.7 铅工作标准溶液:移取 1 mL 标准储备液至 1 000 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。移取 2 mL 该溶液至 50 mL 容量瓶,加入 10 mL 盐酸溶液(3+1)、10 mL 水、20 mL 抗坏血酸-碘化钠溶液、5 mL 三辛基氧化膦-甲基异丁基酮溶液,反复振摇。加水使有机溶剂层到瓶颈部,摇匀,静置分层。有机溶剂层即是标准工作溶液,此溶液每毫升含 0.4 μ g 铅。

A.6.2.8 空白溶液:移取 10 mL 盐酸溶液(3+1),加 10 mL 水、20 mL 抗坏血酸-碘化钠溶液、5 mL 三辛基氧化膦-甲基异丁基酮溶液至 50 mL 容量瓶,反复振摇。加水使有机溶剂层到瓶颈部,摇匀,静置分层。有机溶剂层即是空白溶液。

A.6.3 仪器和设备

原子吸收分光光度计:配有铅空心阴极灯。

A.6.4 分析步骤

A.6.4.1 试样溶液的制备

称取 0.50 g 试样(精确至 0.01 g)至 50 mL 容量瓶,加入 10 mL 盐酸溶液(3+1)使之溶解,再加入 10 mL 水、20 mL 抗坏血酸-碘化钠溶液、5 mL 三辛基氧化膦-甲基异丁基酮溶液,摇匀。加水使有机溶剂层到瓶颈部,摇匀,静置分层。有机溶剂层即是试样溶液。

A.6.4.2 测定

将试样溶液导入原子吸收分光光度计,火焰原子化后,吸收 283.3 nm 共振线,用三辛基氧化膦-甲基异丁基酮溶液将仪器调零,依次检测空白溶液、标准工作溶液和试样溶液的吸光度。试样溶液的吸光

度不得大于标准溶液的吸光度。

A.7 砷(As)的测定

称取 0.5 g 试样(精确至 0.01 g),加入 5 mL 浓盐酸溶解,加入硫脲-抗坏血酸溶液(称取 50 g 硫脲、50 g 抗坏血酸,加水溶解,定容至 100 mL)1 mL,定容至 10 mL,作为试样溶液。以下按 GB 5009.11—2014 “第一篇 总砷的测定”第二法中的规定进行。

A.8 总汞(以 Hg 计)的测定

称取 0.5 g 试样(精确至 0.01 g),加入 5 mL 浓盐酸溶解,定容至 10 mL,作为试样溶液。以下按 GB 5009.17—2014 “第一篇 食品中总汞的测定”第一法中的规定进行测定。

A.9 氯化物(以 Cl 计)的测定

A.9.1 试剂和材料

A.9.1.1 硝酸溶液:1+1。

A.9.1.2 硝酸溶液:1+9。

A.9.1.3 酚酞指示剂:10 g/L。

A.9.1.4 氢氧化钠溶液:3 mol/L。

A.9.1.5 硝酸银溶液:20 g/L。

A.9.1.6 氯化物标准溶液:3.55 g/L。使用时,将此标准溶液稀释 10 倍,使氯化物(以 Cl 计)质量浓度为 0.355 g/L。

A.9.2 分析步骤

称取本品 1.0 g(精确至 0.01 g),置 100 mL 烧杯中,加入 15 mL 硝酸溶液(1+1)在水浴中加热溶解。往此溶液中加入酚酞指示剂数滴和氢氧化钠溶液 50 mL,充分混匀后,转移至 100 mL 容量瓶,稀释至刻度,放置 10 min 后,用干燥滤纸过滤。取滤液 10 mL,转移至 100 mL 容量瓶,稀释至刻度,作为试验溶液。

取试验溶液 2.0 mL 于 50 mL 比色管内,用硝酸溶液(1+9)进行中和,加 1.0 mL 硝酸银溶液,稀释至刻度,充分混合,暗处放置 5 min,将两比色管放置在黑色背景下,从侧面或上方观察,试验溶液所呈浊度不得大于标准管。

标准管的制备:取 0.355 g/L 氯化物标准溶液 0.20 mL,与试验溶液同时同样处理。

A.10 硫酸盐(以 SO_4 计)的测定

A.10.1 试剂和材料

A.10.1.1 浓盐酸。

A.10.1.2 硫酸盐(以 SO_4 计)标准溶液:0.48 g/L。

A.10.1.3 氯化钡溶液:120 g/L。

A.10.2 分析步骤

量取 A.9.2 的滤液 40 mL 于 50 mL 比色管内,用浓盐酸进行中和,并过量 1 mL ~2 mL,加 2 mL 氯化钡溶液,充分混合,用水稀释至刻度,放置 10 min,将两比色管放置在黑色背景下,从侧面或上方观察,试验溶液所呈浊度不得大于标准管。

标准管的制备:取 0.48 g/L 硫酸盐标准溶液 1.00 mL,与试验溶液同时同样处理。
