

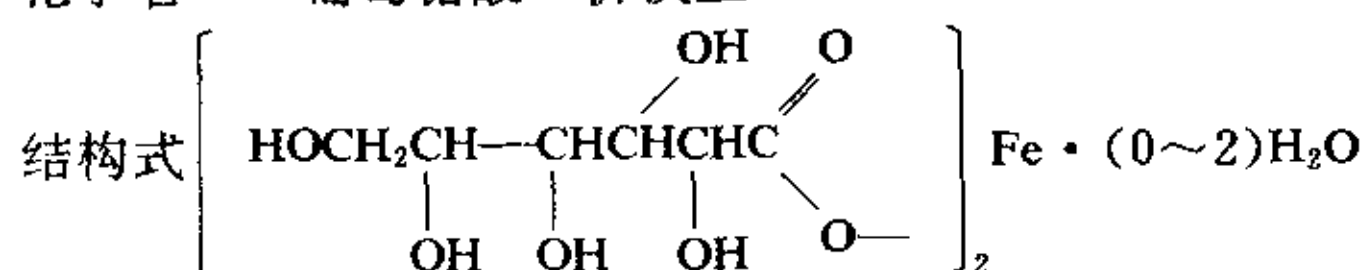
食品添加剂 葡萄糖酸亚铁

1 主题内容及适用范围

本标准规定了食品添加剂葡萄糖酸亚铁的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存的要求。

本标准适用于化学合成法制得的食品添加剂葡萄糖酸亚铁。

化学名 D-葡萄糖酸二价铁盐(2:1)



分子式 $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{FeO}_{14} \cdot (0 \sim 2)\text{H}_2\text{O}$

分子量 446.14(以 $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{FeO}_{14}$ 计,采用 1987 年国际原子量表)

2 引用标准

- GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB 8449 食品添加剂中铅的测定方法
- GB 8450 食品添加剂中砷的测定方法

3 技术要求

3.1 性状

本品为浅黄色或浅黄绿色粉末或颗粒,有轻微灼烧蔗糖气味。本品 1 g 在 10 mL 水中微热溶解,几乎不溶于乙醇,5% 的样品溶液对石蕊呈酸性。

3.2 项目和指标

项	目	指 标
含量(以 $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{FeO}_{14}$ 计), %	\geq	95.0
干燥失重, %		6.5~10.0
三价铁盐(以 Fe^{3+} 计), %	\leq	2.0
草酸盐		应符合规定
还原糖		应符合规定
汞(以 Hg 计), %	\leq	0.000 3
铅(以 Pb 计), %	\leq	0.000 5
砷(以 As 计), %	\leq	0.000 3
氯化物(以 Cl^- 计), %	\leq	0.07
硫酸盐(以 SO_4^{2-} 计), %	\leq	0.1

国家医药管理局 1991-05-14 批准

1992-01-01 实施

4 检验方法

本标准所用的试剂未经特殊注明,均为分析纯试剂,水为蒸馏水或相当纯度的水,溶液为水溶液,仪器设备为一般实验室设备。

4.1 鉴别

4.1.1 试剂和溶液

4.1.1.1 乙酸(冰醋酸)(GB 676)。

4.1.1.2 苯肼

4.1.1.3 10%铁氰化钾溶液:取铁氰化钾(GB 644)10 g,加水溶解并稀释至 100 mL,本液临用时新配。

4.1.2 鉴别方法

4.1.2.1 取样品的水溶液(1→10)5 mL,加乙酸 0.65 mL 和新蒸馏苯肼 1 mL,在水浴上加热 30 min,冷却后,用玻璃棒摩擦试管内壁,则析出结晶。

4.1.2.2 取样品的水溶液(1→20)5 mL,滴加 10%铁氰化钾溶液生成蓝黑色沉淀。

4.2 葡萄糖酸亚铁含量测定

4.2.1 试剂和溶液

4.2.1.1 锌粉

4.2.1.2 稀硫酸溶液:取硫酸(GB 625)5.6 mL,缓慢加入适量水中,并不断搅拌,然后加水稀释至 100 mL。

4.2.1.3 硫酸铈(0.1 mol/L)标准溶液:采用 GB 601 中规定方法配制与标定。

4.2.1.4 邻菲罗啉指示液:取硫酸亚铁(GB 664)0.5 g,加水 100 mL 使溶解,加硫酸(GB 625)2 滴与 1,10-菲罗啉(GB 1293)0.5 g,摇匀。

4.2.2 测定方法

称取样品约 1.5 g(精确至 0.000 2 g),溶解于水 75 mL 和稀硫酸溶液 15 mL 的混合液中,加锌粉 250 mg,以小烧杯盖住锥形瓶,置室温放置 20 min。用表面铺有薄薄一层锌粉的垂熔玻璃漏斗过滤,以稀硫酸溶液 10 mL 和水 10 mL 分别洗涤垂熔玻璃漏斗,合并滤液和洗涤液,以邻菲罗啉为指示剂,迅速以硫酸铈(0.1 mol/L)标准溶液滴至终点,同时做空白实验以消除误差。

4.2.3 分析结果的表述

$$X_1(\%) = \frac{c_1 \cdot (V_1 - V_2) \times 0.044\ 62 \times 10}{m_1 \cdot (1 - X_2)} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: X_1 —— 葡萄糖酸亚铁(以 $C_{12}H_{22}FeO_{14}$ 计)含量;

c_1 —— 硫酸铈标准溶液浓度, mol/L;

V_1 —— 样品硫酸铈标准溶液用量, mL;

V_2 —— 空白硫酸铈标准溶液用量, mL;

m_1 —— 样品质量, g;

X_2 —— 样品干燥失重, %;

0.044 62 —— 与 1.00 mL 硫酸铈标准溶液[$c(CeSO_4) = 0.1\ mol/L$]相当的 $C_{12}H_{22}FeO_{14}$ 的质量, g。

4.3 干燥失重

4.3.1 测定方法

称取样品细粉约 1 g(精确至 0.000 2 g),置于已经在 105℃干燥至恒重的称量瓶中,精密称定,再置于 105℃电烘箱内干燥 4 h,置干燥器中冷至室温,称重。

4.3.2 分析结果的表述

$$X_2(\%) = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: X_2 ——葡萄糖酸亚铁的干燥失重;

m_2 ——干燥前样品和称量瓶的总质量, g;

m_3 ——干燥后样品和称量瓶的总质量, g;

m_4 ——称量瓶质量, g。

4.4 三价铁盐的测定

4.4.1 试剂和溶液

4.4.1.1 碘化钾(GB 1272)。

4.4.1.2 盐酸(GB 622)。

4.4.1.3 硫代硫酸钠(0.1 mol/L)标准溶液:采用 GB 601 中规定方法配制与标定。

4.4.1.4 淀粉指示液:取可溶性淀粉 0.5 g,加水 5 mL 搅匀后,缓缓倾入沸水 100 mL 中,随加随搅拌,继续煮沸 2 min,放冷,倾取上清液即得。

4.4.2 测定方法

称取样品 5 g(精确至 0.000 2 g),置于碘量瓶中,加水 100 mL 和盐酸 10 mL 供溶解,加入碘化钾 3 g,振摇溶解,置暗处 5 min,迅速以硫代硫酸钠(0.1 mol/L)标准溶液滴定,近终点加入淀粉指示液 0.5 mL,滴至溶液蓝色消失,即得。

4.4.3 分析结果的表述

$$X_3(\%) = \frac{c_2 \cdot V_3 \times 0.005\ 585 \times 10}{m_5} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: X_3 ——葡萄糖酸亚铁样品中三价铁盐含量;

c_2 ——硫代硫酸钠标准溶液浓度, mol/L;

V_3 ——硫代硫酸钠标准溶液用量, mL;

m_5 ——样品质量, g;

0.005 585——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$] 相当的 Fe^{3+} 质量, g。

4.5 草酸盐的检查

4.5.1 试剂和溶液

4.5.1.1 盐酸(GB 622)。

4.5.1.2 乙醚(HG 3—1002)。

4.5.1.3 36%乙酸(HG 3—1095)。

4.5.1.4 5%乙酸钙溶液:取乙酸钙 5 g,加水溶解并稀释至 100 mL。

4.5.2 检查方法

溶解样品 1.0 g 于水 10 mL 中,加盐酸 2 mL,移入 125 mL 分液漏斗中,分别用乙醚 50 mL、20 mL,提取二次,合并醚层,并加入水 10 mL,在水浴上蒸去乙醚,加 36%乙酸 1 滴和 5%乙酸钙溶液 1 mL。5 min 内不得产生浑浊。

4.6 还原糖的检查

4.6.1 试剂和溶液

4.6.1.1 3 mol/L 盐酸溶液:取盐酸(GB 622)24 mL 加水稀释至 100 mL。

4.6.1.2 6 mol/L 氨溶液:取氨水(GB 631)40 mL 加水稀释至 100 mL。

4.6.1.3 10.5%碳酸钠溶液:取碳酸钠(GB 639)10.5 g,加水溶解并稀释至 100 mL。

4.6.1.4 斐林溶液:采用 GB 603 中规定方法配制。

4.6.1.5 乙酸铅试纸:取无灰定量滤纸,以 5%乙酸铅(HG 3—974)溶液浸湿,在阴凉处干燥,保存于密闭容器中备用。

4.6.1.6 硫化氢气体:取少量硫铁矿细粉,加稀盐酸适量,将产生硫化氢气体导出。

4.6.2 检查方法

溶解样品 500 mg 于水 10 mL 中,温热,加入 6 mol/L 氨溶液 1 mL 使溶液呈碱性,通入硫化氢气体沉淀铁离子,静置 30 min,过滤,以水 10 mL 分二次洗涤,合并滤液洗涤液,用盐酸酸化,再加入 3 mol/L 盐酸溶液 2 mL,煮沸,直至蒸气不使润湿的乙酸铅试纸变黑,继续煮沸使溶液体积约为 10 mL,冷却,加入 10.5% 碳酸钠溶液 5 mL 和水 20 mL,过滤,滤液加水稀释至 100 mL。吸取溶液 5 mL,加入斐林溶液 2 mL,煮沸 1 min 不得产生红色沉淀。

4.7 汞的测定

4.7.1 试剂和溶液

4.7.1.1 1% 硝酸溶液:取硝酸(GB 626)1 mL,加水稀释至 100 mL。

4.7.1.2 25% 柠檬酸三钠溶液:取柠檬酸三钠(HG 3—1298)25 g,加水溶解并稀释至 100 mL。

4.7.1.3 20% 盐酸羟胺溶液:取盐酸羟胺(GB 6685)20 g,加水溶解并稀释至 100 mL。

4.7.1.4 氢氧化钠-乙二胺四乙酸二钠溶液:8% 氢氧化钠(GB 629)(W/V):5% 乙二胺四乙酸二钠(GB 1401)(W/V)=19:1。

4.7.1.5 双硫腙使用液:采用 GB 8449 中规定方法配制。

4.7.1.6 汞标准溶液:精密称取经干燥器干燥过的二氯化汞 0.135 4 g,加 0.5 mol/L 硫酸溶液使其溶解后,移入 100 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,此溶液每毫升相当于 1 mg 汞。

4.7.1.7 汞标准使用溶液:吸取 1.0 mL 汞标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加 0.5 mol/L 硫酸溶液稀释至刻度,此溶液每毫升相当于 10 μg 汞。再吸取此液 5.0 mL 于 50 mL 容量瓶中,加 0.5 mol/L 硫酸溶液稀释至刻度,此溶液每毫升相当于 1 μg 汞。

4.7.2 样品溶液

称取样品 2.5 g 加 1% 硝酸溶液溶解并稀释至 50.0 mL。

4.7.3 测定方法

精密吸取 4.7.2 样品溶液 20.0 mL(相当于样品 1.0 g),置 125 mL 分液漏斗中,加 1% 硝酸溶液 30 mL。

精密吸取汞标准使用液 0.0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL(相当于汞 0、1、2、3、4、5 μg),置于 125 mL 分液漏斗中,加 1% 硝酸溶液至 30 mL。

于样品溶液、汞标准溶液和试剂空白液中各加 25% 柠檬酸钠溶液 20 mL,20% 盐酸羟胺 1 mL,摇匀,加入双硫腙使用液 10.0 mL,剧烈振摇 1 min,静止分层,弃去水层,三氯甲烷层用氢氧化钠-乙二胺四乙酸二钠溶液洗涤 3 次,每次 20 mL,将三氯甲烷层经脱脂棉滤入 1 cm 比色杯中,以零管调节零点,在波长 490 nm 处测定吸光度,绘制标准曲线比较。

4.7.4 分析结果的表述

$$X_4(\%) = \frac{A_1 \times 10^6}{m_6 \cdot \frac{V_4}{V_5}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: X_4 —— 葡萄糖酸亚铁样品含汞量;

A_1 —— 供试样品含汞量,μg;

m_6 —— 样品质量,g;

V_4 —— 供试样品溶液体积,mL;

V_5 —— 样品溶液体积,mL。

4.8 铅的测定

4.8.1 测定方法

精密吸取 4.7.2 样品溶液 10.0 mL(相当于样品 0.5 g),采用 GB 8449 中定量法测定。

4.9 砷的测定

4.9.1 样品溶液

称取样品 5.0 g 加水溶解并稀释至 50.0 mL。

4.9.2 测定方法

精密吸取 4.9.1 样品溶液 10.0 mL(相当于样品 1.0 g),采用 GB 8450 中砷斑法测定。

4.10 氯化物的检查

4.10.1 试剂和溶液

4.10.1.1 稀硝酸溶液:取硝酸(GB 626)10.5 mL,加水稀释至 100 mL。

4.10.1.2 硝酸银(0.1 mol/L)溶液:采用 GB 601 中规定方法配制。

4.10.1.3 氯化钠标准溶液:采用 GB 602 中规定方法配制与标定,用时再稀释成每毫升含 Cl^- 10 μg 。

4.10.2 检查方法

精密吸取 4.9.1 样品溶液 1.0 mL(相当于样品 0.1 g),置比色管中,加水 30 mL 和稀硝酸溶液 10 mL,摇匀,即为供试品溶液。

精密吸取氯化钠标准溶液(10 $\mu\text{gCl}^-/\text{mL}$)7.0 mL,置另一比色管中,加稀硝酸溶液 10 mL,加水约至 40 mL,摇匀,即为对照品溶液。

于供试品溶液、对照品溶液中,分别加入硝酸银(0.1 mol/L)溶液 1 mL,再用水稀释至 50 mL,摇匀,置暗处 5 min,同置黑色背景上,从比色管上方向下观察比较,供试品溶液产生的浑浊,不得比对照品溶液更深。

4.11 硫酸盐的检查

4.11.1 试剂和溶液

4.11.1.1 稀盐酸溶液:量取盐酸(GB 622)24 mL,加水稀释至 100 mL。

4.11.1.2 25%氯化钡溶液:取氯化钡(GB 652)25 g,加水溶解并稀释至 100 mL。

4.11.1.3 硫酸盐标准溶液:采用 GB 602 中规定方法配制。每毫升含 SO_4^{2-} 100 μg 。

4.11.2 检查方法

精密吸取 4.9.1 样品溶液 2.0 mL(相当于样品 0.2 g),置比色管中,加稀盐酸溶液 2 mL,加水约至 40 mL,摇匀,即为供试品溶液。

精密吸取硫酸盐标准溶液 2.0 mL(相当于 200 μg 的 SO_4^{2-}),置另一比色管中加稀盐酸 2.0 mL,加水约至 40 mL,摇匀,即为对照品溶液。

于供试品溶液、对照品溶液中,分别加入 25%氯化钡溶液 5 mL,再加水稀释至 50 mL,摇匀,静置 10 min。同置黑色背景上,从比色管上方向下观察比较,供试品溶液产生的浑浊不得比对照品溶液更深。

5 验收规则

5.1 本产品由生产厂的质量检验部门进行检验,出厂产品均应符合本标准要求。

5.2 使用单位可按照本标准,对收到产品进行质量检查。

5.3 取样方法以每批袋数的 2%选取样品,小批的不得少于 3 袋,从选出的袋数中,用取样工具伸入每袋的四分之三处,将取出的样品迅速混匀,用四分法缩分,装于清洁干燥、带磨口的棕色广口瓶中,贴上标签,注明生产厂名称、生产日期、品名、批号及取样日期,送交化验室及时分析。

5.4 检验结果有一项不符合标准时,应加倍抽样化验,重新检验的结果仍有一项不符合标准时,则整批定为不合格品。

5.5 如供需双方对产品质量发生异议需仲裁时,可由双方协商仲裁单位,按本标准规定的方法和验收规则进行仲裁检验。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

标签上应印有产品名称、批号、净重、批准文号、生产厂名及贮存的要求,并注明“食品添加剂”字样。

6.2 包装

包装材料必须符合卫生标准要求,包装应严密完整且避光。

6.3 运输

本品不得与有毒有害或其他污染的物品混放、混运,防止日晒雨淋。

6.4 贮存

本品应在避光、阴凉、干燥处贮存,防止受热受潮。原包装保质期一年。

附加说明:

本标准由国家医药管理局、中华人民共和国卫生部提出。

本标准由中国医药工业公司,卫生部食品卫生监督检验所技术归口。

本标准由陕西省西安制药厂负责起草。

本标准主要起草人张立冬、魏云华、张克峰、徐万钟。