

中华人民共和国国家标准

GB 1903.70—2024

食品安全国家标准 食品营养强化剂 电解铁

2024-02-08 发布

2024-08-08 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

食品营养强化剂 电解铁

1 范围

本标准适用于以原料纯铁为原料、通过电解法生产制得的食品营养强化剂电解铁。

2 化学名称、分子式和相对分子质量

2.1 化学名称

电解铁

2.2 分子式

Fe

2.3 相对分子质量

55.85(按 2018 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	无光泽的灰黑色	取适量试样,置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下观察其色泽和状态
状态	粉末	

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(Fe)含量, $w/\%$	\geq 97.0	附录 A 中 A.4
酸不溶物, $w/\%$	\leq 0.2	附录 A 中 A.5
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq 4.0	附录 A 中 A.6

表 2 理化指标（续）

项 目		指 标	检 验 方 法
总砷(以 As 计)/(mg/kg)		≤	附录 A 中 A.7
总汞(以 Hg 计)/(mg/kg)		≤	附录 A 中 A.8
细度,w/%	通过 150 μm(100 目)标准筛	100	附录 A 中 A.9
	通过 45 μm(325 目)标准筛	≥ 95	

附录 A

检验方法

A.1 警告

试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和防护措施。

A.2 一般规定

本标准所用试剂和水在未注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准溶液、杂质测定用标准溶液、制剂和制品在未注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。试验筛的规格按 GB/T 6003.1 的规定选用。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 氢氧化钠。

A.3.1.3 铁氰化钾。

A.3.1.4 盐酸溶液: $2+8(V_1+V_2)$ 。量取 20 mL 盐酸,缓慢加入 80 mL 水中,混匀。

A.3.1.5 铁氰化钾溶液(100 g/L):称取 10 g 铁氰化钾,用水溶解并定容至 100 mL。

A.3.1.6 氢氧化钠溶液(40 g/L):称取 4 g 氢氧化钠,用水溶解并定容至 100 mL。

A.3.2 仪器和设备

电子天平:感量为 0.001 g。

A.3.3 鉴别方法

称取 0.01 g~0.03 g 试样,精确至 0.001 g,溶于 10 mL 盐酸溶液(A.3.1.4)中,有气体逸出,停止后加入 1 滴~2 滴铁氰化钾溶液(A.3.1.5),有黑蓝色沉淀生成。此沉淀逐滴加入氢氧化钠溶液(A.3.1.6)后,生成绿白色沉淀,颜色很快转变为绿色,振荡后变为棕色。

A.4 铁(Fe)含量的测定

A.4.1 方法提要

试样在隔绝空气条件下加酸溶解后,以 1,10-菲啰啉-亚铁作指示剂,用硫酸铈标准滴定溶液滴定,溶液由红色变为淡蓝色为滴定终点,根据所消耗的硫酸铈标准溶液的量计算铁含量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 硫酸。

A.4.2.2 硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)。

A.4.2.3 1,10-菲啰啉($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$)。

A.4.2.4 1,10-菲啰啉盐酸盐($\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{HCl} \cdot \text{H}_2\text{O}$)。

A.4.2.5 硫酸溶液: $3+100(V_1+V_2)$ 。量取 3 mL 硫酸,缓慢加入 100 mL 水中,混匀。

A.4.2.6 硫酸铈标准滴定溶液： $c[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2]=0.1\text{ mol/L}$ 。

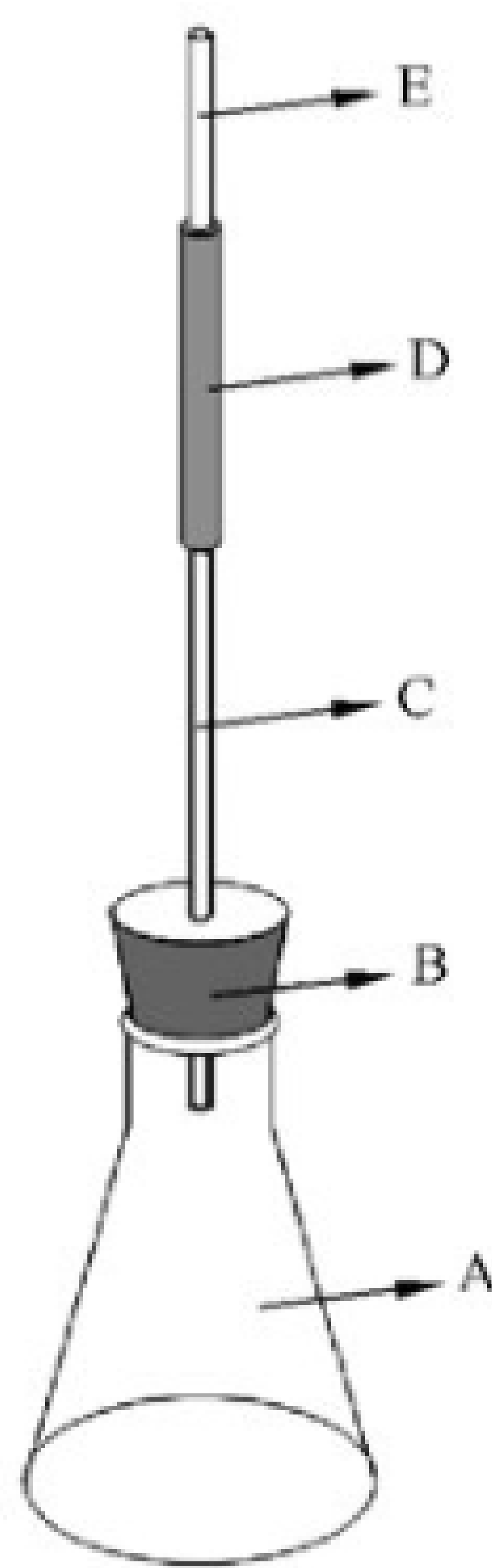
A.4.2.7 1,10-菲啰啉-亚铁指示剂：称取 0.7 g 硫酸亚铁(A.4.2.2)溶于 70 mL 水中，加 2 滴硫酸(A.4.2.1)，加 1.5 g 1,10-菲啰啉(A.4.2.3)或 1.76 g 1,10-菲啰啉盐酸盐(A.4.2.4)，溶解后，加水稀释至 100 mL。临用前制备。

A.4.3 仪器和设备

A.4.3.1 电子天平：感量分别为 0.01 g 和 0.000 1 g。

A.4.3.2 恒温水浴锅。

A.4.3.3 本生阀装置：锥形瓶上带一个塞子，该塞子上插入一根连有一短段橡胶管的玻璃管，橡胶管的侧面有一狭长的切口，其另一端插入一段玻璃棒，使气体能够逸出，而空气不能进入。本生阀装置如图 1 所示。



标引字母说明：

- A —— 250 mL 锥形瓶；
- B —— 瓶塞；
- C —— 玻璃管；
- D —— 侧面有一狭长切口的橡胶管；
- E —— 玻璃棒。

图 1 本生阀装置示意图

A.4.3.4 酸式滴定管。

A.4.4 分析步骤

称取约 0.2 g 试样，精确至 0.000 1 g，置于本生阀装置(A.4.3.3)的锥形瓶中，加 50 mL 硫酸溶液(A.4.2.5)，迅速盖上瓶塞。在沸水浴上加热锥形瓶，使试样完全溶解，冷却，加 50 mL 煮沸并自然冷却的水稀释，加 2 滴 1,10-菲啰啉-亚铁指示剂(A.4.2.7)，用硫酸铈标准滴定溶液(A.4.2.6)滴定，溶液由红色变为淡蓝色为终点。

同时进行空白试验。空白试验除不加试样外，其他与试验溶液相同。

A.4.5 结果计算

试样中铁(Fe)含量的质量分数 w_1 按式(A.1)计算：

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times M}{m_1 \times 1\,000} \times 100\% \quad \cdots \cdots \cdots (A.1)$$

式中：

- V_1 —— 滴定试样溶液所消耗的硫酸铈标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- V_2 —— 滴定空白溶液所消耗的硫酸铈标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- c —— 硫酸铈标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；
- M —— 铁(Fe)的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol) ($M=55.85$)；
- m_1 —— 试样的质量，单位为克(g)；
- 1 000 —— 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 1%。

A.5 酸不溶物含量的测定

A.5.1 方法提要

试样经硫酸溶液溶解后，过滤、洗涤、烘干、称重，测定酸不溶物含量。

A.5.2 试剂和材料

- A.5.2.1 硫酸。
- A.5.2.2 氯化钡。
- A.5.2.3 硫酸溶液(1 mol/L)：量取 54 mL 硫酸，缓慢倒入盛有约 600 mL 水的烧杯中，不断搅拌，等溶液冷却至室温后转移至 1 L 容量瓶中，少量水冲洗烧杯壁两次，冲洗液也倒入容量瓶，加水定容至刻度，混匀。
- A.5.2.4 氯化钡溶液(122 g/L)：称取 12.2 g 氯化钡，用水溶解并定容至 100 mL。

A.5.3 仪器和设备

- A.5.3.1 电子天平：感量分别为 0.01 g 和 0.000 1 g。
- A.5.3.2 玻璃砂芯坩埚：滤板孔径 5 μm~15 μm。
- A.5.3.3 恒温水浴锅。
- A.5.3.4 电热恒温干燥箱：温度可控制在 105 ℃±2 ℃。
- A.5.3.5 本生阀装置：同 A.4.3.3。

A.5.4 分析步骤

称取约 1 g 试样，精确至 0.000 1 g，置于本生阀装置(A.5.3.5)的锥形瓶中，加入 25 mL 硫酸溶液(A.5.2.3)，迅速盖上瓶塞，沸水浴上加热，直至气体逸尽。用预先于 105 ℃±2 ℃干燥至恒重(前后两次质量差不超过 2 mg)的玻璃砂芯坩埚过滤。用水洗涤至滤液经氯化钡溶液(A.5.2.4)检验无硫酸盐反应，置于电热恒温干燥箱中，于 105 ℃±2 ℃下干燥至恒重(前后两次质量差不超过 2 mg)。

A.5.5 结果计算

酸不溶物以质量分数 w_2 计，按式(A.2)计算：

$$w_2 = \frac{m_2 - m_3}{m_4} \times 100\% \quad \cdots \cdots \cdots (A.2)$$

式中：

- m_2 —— 干燥后玻璃砂芯坩埚和不溶物的质量，单位为克(g)；

m_3 ——玻璃砂芯坩埚的质量,单位为克(g);

m_4 ——称取试样的质量,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得超过算术平均值的 10%。

A.6 铅的测定

A.6.1 方法提要

试样经硝酸溶液水浴加热处理后,经石墨炉原子化,在 283.3 nm 处测定吸光度。在一定浓度范围内铅的吸光度值与铅含量成正比,与标准系列比较定量。

A.6.2 试剂和材料

A.6.2.1 试剂

A.6.2.1.1 水:GB/T 6682 规定的一级水。

A.6.2.1.2 硝酸:优级纯。

A.6.2.1.3 硝酸钡:纯度 40%。

A.6.2.1.4 硝酸溶液:5+95(V_1+V_2)。量取 5 mL 硝酸,缓慢加入 95 mL 水中,混匀。

A.6.2.1.5 硝酸溶液:1+99(V_1+V_2)。量取 1 mL 硝酸,缓慢加入 99 mL 水中,混匀。

A.6.2.1.6 硝酸溶液:1+5(V_1+V_2)。量取 100 mL 硝酸,缓慢加入 500 mL 水中,混匀。

A.6.2.1.7 硝酸溶液:1+1(V_1+V_2)。量取 50 mL 硝酸,缓慢加入 50 mL 水中,混匀。

A.6.2.1.8 硝酸钡溶液:称取 0.05 g 硝酸钡,加入约 20 mL 水,溶解之后加入 10 mL 硝酸(A.6.2.1.2),用水稀释至 100 mL。硝酸钡溶液作为石墨炉原子吸收光谱法测定的基体改进剂。

A.6.2.2 标准溶液配制

A.6.2.2.1 铅标准储备液(1 000 mg/L):购买经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液。

A.6.2.2.2 铅标准中间液(1.00 mg/L):准确吸取铅标准储备液(A.6.2.2.1)1.00 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,加硝酸溶液(A.6.2.1.4)至刻度,混匀。

A.6.2.2.3 铅标准系列溶液:分别吸取铅标准中间液(A.6.2.2.2)0.00 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL 和 2.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加硝酸溶液(A.6.2.1.5)至刻度,混匀。此铅标准系列溶液的质量浓度分别为 0.00 $\mu\text{g/L}$ 、1.00 $\mu\text{g/L}$ 、5.00 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 、15.0 $\mu\text{g/L}$ 和 20.0 $\mu\text{g/L}$ 。

A.6.3 仪器和设备

A.6.3.1 原子吸收光谱仪:配石墨炉原子化器,附铅空心阴极灯。

A.6.3.2 电子天平:感量分别为 0.01 g 和 0.000 1 g。

A.6.3.3 可调式电热炉。

A.6.4 分析步骤

A.6.4.1 玻璃仪器的清洗

所有玻璃器皿均需硝酸溶液(A.6.2.1.6)浸泡过夜,用自来水反复冲洗,最后用水冲洗干净,烘干备用。

A.6.4.2 试样溶液的制备

称取 0.2 g 试样于 50 mL 具塞比色管中,精确至 0.000 1 g,缓慢加入 5 mL 硝酸溶液(A.6.2.1.7),

然后在沸水浴中加热 30 min,如果还有未溶解的残渣,冷却至室温,过滤后用水定容至 50 mL。此溶液同时用于汞的测定。

A.6.4.3 试样溶液的测定

按 GB 5009.12 规定的石墨炉原子吸收光谱法或 GB 5009.75 规定的石墨炉原子吸收光谱法进行测定。

A.6.5 结果计算

试样中铅含量 w_3 ,单位为毫克每千克(mg/kg),按式(A.3)计算:

$$w_3 = \frac{(c_1 - c_0) \times 50 \times 1\,000}{m_5 \times 1\,000 \times 1\,000} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

- c_1 ——试样溶液中铅的测定浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);
- c_0 ——空白溶液中铅的测定浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);
- 50 ——试样溶液定容体积,单位为毫升(mL);
- 1 000——换算系数;
- m_5 ——称取试样质量,单位为克(g)。

当铅含量 ≥ 1.0 mg/kg 时,计算结果保留 3 位有效数字;当铅含量 < 1.0 mg/kg 时,计算结果保留 2 位有效数字。

A.6.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

A.6.7 其他

当称样量为 0.2 g,定容体积为 50 mL 时,方法的检出限为 0.15 mg/kg,定量限为 0.50 mg/kg。

A.7 总砷的测定

A.7.1 方法提要

试样经盐酸溶液水浴加热溶解后,加入硫脲使五价砷预还原为三价砷,再加入硼氢化钾使还原生成砷化氢,由氩气载入石英原子化器中分解为原子态砷,在高强度砷空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光,其荧光强度在固定条件下与被测液中的砷浓度成正比,与标准系列比较定量。

A.7.2 试剂和材料

A.7.2.1 试剂

- A.7.2.1.1 水:GB/T 6682 规定的一级水。
- A.7.2.1.2 硝酸:优级纯。
- A.7.2.1.3 盐酸:优级纯。
- A.7.2.1.4 硫脲。
- A.7.2.1.5 抗坏血酸。
- A.7.2.1.6 硝酸溶液:2+98(V_1+V_2)。量取 2 mL 硝酸,缓慢加入 98 mL 水中,混匀。
- A.7.2.1.7 盐酸溶液:50+50(V_1+V_2)。量取 50 mL 盐酸,缓慢加入 50 mL 水中,混匀。
- A.7.2.1.8 硫脲+抗坏血酸溶液:称取 10.0 g 硫脲,加约 80 mL 水,加热溶解,待冷却后加入 10.0 g 抗

坏血酸,稀释至 100 mL。现用现配。

A.7.2.2 标准溶液配制

A.7.2.2.1 砷标准储备液(1 000 mg/L):购买经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液。

A.7.2.2.2 砷标准中间液(1.00 mg/L):准确吸取砷标准储备液(A.7.2.2.1)1.00 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,加硝酸溶液(A.7.2.1.6)至刻度,混匀,现用现配。

A.7.2.2.3 砷标准系列溶液:取 25 mL 容量瓶或比色管 6 支,依次准确加入 1.00 mg/L 砷标准使用液 0.00 mL、0.05 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.40 mL 和 0.50 mL(分别相当于砷浓度 0.00 μg/L、2.00 μg/L、4.00 μg/L、8.00 μg/L、16.0 μg/L 和 20.0 μg/L),加 2.5 mL 盐酸,再加入 2.5 mL 硫脲+抗坏血酸溶液(A.7.2.1.8),补加水至刻度,混匀后放置 2 h 后测定。

A.7.3 仪器和设备

A.7.3.1 原子荧光光谱仪。

A.7.3.2 电子天平:感量分别为 0.01 g 和 0.000 1 g。

A.7.4 分析步骤

称取 0.5 g 试样于 50 mL 具塞比色管中,精确至 0.000 1 g,缓慢加入 10 mL 盐酸溶液(A.7.2.1.7),在 60 ℃~80 ℃水浴中加热直至试样完全溶解,加入 5 mL 硫脲+抗坏血酸溶液(A.7.2.1.8),最后用水定容至 50 mL。混匀放置 2 h 后按 GB 5009.11 规定的原子荧光光谱法或 GB 5009.76 规定的原子荧光光谱法进行测定。

A.7.5 结果计算

试样中砷含量 w_4 ,单位为毫克每千克(mg/kg),按式(A.4)计算:

$$w_4 = \frac{(c_2 - c_0) \times 50 \times 1\,000}{m_6 \times 1\,000 \times 1\,000} \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

c_2 ——试样溶液中砷的测定浓度,单位为微克每升(μg/L);

c_0 ——空白溶液中砷的测定浓度,单位为微克每升(μg/L);

50 ——试样溶液定容体积,单位为毫升(mL);

1 000——换算系数;

m_6 ——称取试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

A.7.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

A.7.7 其他

当称样量为 0.5 g,定容体积为 50 mL 时,方法的检出限为 0.048 mg/kg,定量限为 0.16 mg/kg。

A.8 汞的测定

A.8.1 方法提要

试样经硝酸溶液水浴加热溶解后,在酸性介质中,试样中汞被硼氢化钾还原成原子态汞,由载气(氩

气)带入原子化器中,在汞空心阴极灯照射下基态汞原子被激发至高能态,在由高能态回到基态时发射出特征波长的荧光,其荧光强度与被测液中的汞浓度成正比,与标准系列溶液比较定量。

A.8.2 试剂和材料

A.8.2.1 试剂

- A.8.2.1.1 水:GB/T 6682 规定的一级水。
- A.8.2.1.2 硝酸:优级纯。
- A.8.2.1.3 盐酸:优级纯。
- A.8.2.1.4 硝酸溶液:5+95(V₁+V₂)。量取 5 mL 硝酸,缓慢加入 95 mL 水中,混匀。
- A.8.2.1.5 重铬酸钾的硝酸溶液(0.5 g/L):称取 0.05 g 重铬酸钾溶于 100 mL 硝酸溶液(A.8.2.1.4)中。

A.8.2.2 标准溶液配制

- A.8.2.2.1 汞标准储备液(100 μg/mL):购买经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液。
- A.8.2.2.2 汞标准中间液(10 μg/mL):准确吸取汞标准储备液(A.8.2.2.1)5.0 mL 于 50 mL 容量瓶中,用 0.5 g/L 重铬酸钾的硝酸溶液稀释至刻度,混匀。于 4 ℃ 冰箱中避光保存。
- A.8.2.2.3 汞标准使用液 1(100 μg/L):准确吸取汞标准中间液(A.8.2.2.2)1.0 mL 于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(A.8.2.1.4)稀释至刻度,混匀。现用现配。
- A.8.2.2.4 汞标准使用液 2(10 μg/L):准确吸取汞标准使用液 1(A.8.2.2.3)10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(A.8.2.1.4)稀释至刻度,混匀。现用现配。

A.8.3 仪器和设备

- A.8.3.1 原子荧光光谱仪。
- A.8.3.2 电子天平:感量分别为 0.01 g 和 0.000 1 g。
- A.8.3.3 可调式电热炉。

A.8.4 分析步骤

A.8.4.1 基质标准曲线制作

准确移取 5.00 mL 阴性试样溶液(制备方法同 A.6.4.2)分别置于 7 支 10 mL 具塞比色管中,分别加入 0.00 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.80 mL、1.20 mL、1.60 mL 和 2.00 mL 汞标准使用液 2(A.8.2.2.4),用硝酸溶液(A.8.2.1.4)稀释至刻度,混匀。分别相当于汞浓度 0.00 μg/L、0.20 μg/L、0.40 μg/L、0.80 μg/L、1.20 μg/L、1.60 μg/L 和 2.00 μg/L,此标准系列溶液按 GB 5009.17 规定的原子荧光光谱法进行测定。

A.8.4.2 试样溶液测定

准确移取 5.00 mL A.6.4.2 中的试样溶液置于 10 mL 具塞比色管中,用硝酸溶液(A.8.2.1.4)稀释至刻度,混匀。此试样溶液按 GB 5009.17 规定的原子荧光光谱法进行测定。按 A.8.5 计算结果。

A.8.5 结果计算

试样中汞含量 w_5 ,单位为毫克每千克(mg/kg),按式(A.5)计算:

$$w_5 = \frac{(c_3 - c_0) \times 10 \times 50}{m_7 \times 5 \times 1\,000} \dots\dots\dots (A.5)$$

式中：

- c_3 ——测定试样溶液中汞的测定浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$)；
- c_0 ——阴性试样溶液中汞的测定浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$)；
- 10 ——仪器测定试样溶液的体积,单位为毫升(mL)；
- 50 ——配制试样溶液的体积,单位为毫升(mL)；
- m_7 ——称取试样质量,单位为克(g)；
- 5 ——所取试样溶液的体积,单位为毫升(mL)；
- 1 000 ——换算系数。

计算结果保留两位有效数字。

A.8.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%。

A.8.7 其他

当称样量为 0.2 g,定容体积为 50 mL 时,方法的检出限为 0.03 mg/kg,定量限为 0.1 mg/kg。

A.9 细度的测定

A.9.1 方法提要

试样在不同规格的筛子上进行筛分,不同颗粒的试样彼此分离。根据筛余物残留量计算出试样的细度。

A.9.2 仪器和设备

A.9.2.1 电子天平:感量为 0.001 g。

A.9.2.2 振筛机:摇动频率 270 r/min~300 r/min,振动频率 140 次/min~160 次/min。

A.9.2.3 试验筛:100 目($\phi 200 \times 50$ —0.15/0.10)、325 目($\phi 200 \times 50$ —0.045/0.032)。

A.9.3 分析步骤

称取约 100 g 试样,精确至 0.001 g,倒入试验筛中,盖上筛盖,固定在振筛机上,开启振筛机,振筛 15 min,将筛余物缓慢倒入已称重的玻璃纸上,用干燥软毛刷轻轻刷扫,最后轻敲收集筛余物,准确称量。

A.9.4 结果计算

细度的质量分数 w_6 ,按式(A.6)计算：

$$w_6 = \frac{m_8 - m_9}{m_8} \times 100\% \dots\dots\dots (A.6)$$

式中：

- m_8 ——试样质量的数值,单位为克(g)；
- m_9 ——筛余物的质量的数值,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得超过算术平均值的 1%。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食品安全国家标准
食品营养强化剂 电解铁
GB 1903.70—2024

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址:www.spc.net.cn

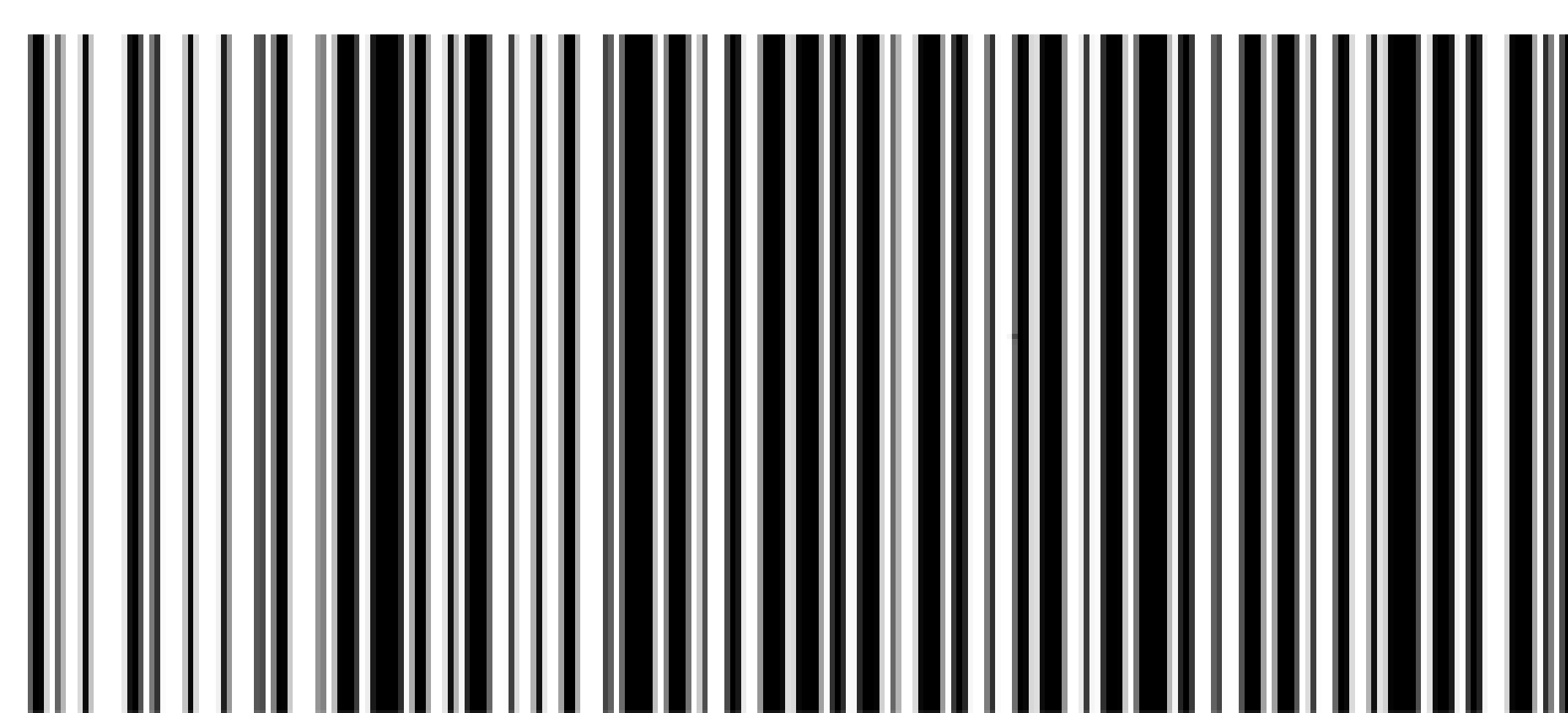
服务热线:400-168-0010

2024年2月第一版

*

书号:155066·1-73392

版权专有 侵权必究



GB 1903.70-2024



码上扫一扫 正版服务到