

中华人民共和国国家标准

GB 1903.46—2020

食品安全国家标准

食品营养强化剂 富马酸亚铁

2020-09-11 发布

2021-03-11 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 富马酸亚铁

1 范围

本标准适用于以富马酸与硫酸亚铁为主要原料,经化学合成、精制而得的食品营养强化剂富马酸亚铁。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

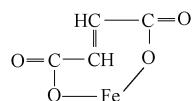
2.1 化学名称

(E)-2-丁烯二酸亚铁盐

2.2 分子式

C₄H₂FeO₄

2.3 结构式



2.4 相对分子质量

169.90(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	橙红色或红棕色	取适量试样置于白色洁净、干燥的器皿中,在自然光下观察其色泽、状态,嗅其气味
状态	粉末	
气味	无臭	

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
富马酸亚铁($C_4H_2FeO_4$)含量(以干基计), $w/\%$	93.0~101.0	附录 A 中 A.3
干燥减量, $w/\%$	\leqslant 1.0	GB 5009.3 直接干燥法 ^a
三价铁(以 Fe^{3+} 计), $w/\%$	\leqslant 2.0	附录 A 中 A.4
硫酸盐(以 SO_4 计), $w/\%$	\leqslant 0.2	附录 A 中 A.5
铅(Pb)/(mg/kg)	\leqslant 1.0	GB 5009.12 或 GB 5009.75
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	\leqslant 2.0	GB 5009.11 或 GB 5009.76

^a 干燥温度为 103 ℃±2 ℃。

附录 A

检验方法

A.1 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。试验中所用标准溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及其制品,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。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.2 鉴别试验

A.2.1 试剂和材料

- A.2.1.1 盐酸溶液:1+10。
- A.2.1.2 间苯二酚。
- A.2.1.3 硫酸。
- A.2.1.4 铁氰化钾溶液:10 g/L。临用前制备。
- A.2.1.5 氢氧化钠溶液:1 mol/L。
- A.2.1.6 盐酸溶液:6 mol/L。
- A.2.1.7 盐酸溶液:2+100。

A.2.2 鉴别方法

A.2.2.1 溶解性

溶于 1+10 盐酸溶液,几乎不溶于水和乙醇。

A.2.2.2 鉴别

- A.2.2.2.1 称取试样约 0.05 g 和 0.3 g 间苯二酚于蒸发皿中,混合均匀,加入约 0.15 mL 硫酸,缓缓加热直至成暗红色半固体状,将其溶解于约 500 mL 水中,溶液呈橙黄色,无荧光。
- A.2.2.2.2 称取试样约 1.5 g,加入 25 mL 6 mol/L 盐酸溶液,并用水稀释至 50 mL。加热至完全溶解后冷却。用 G3 细孔玻璃砂坩埚过滤,以 2+100 盐酸溶液洗涤沉淀,收集滤液。取上述滤液,加 1 mol/L 氢氧化钠溶液,产生绿-白色沉淀,振摇时颜色很快变成绿色,然后到棕色。
- A.2.2.2.3 取 1 滴 A.2.2.2.2 中样品滤液于点样板上,加 1 滴铁氰化钾溶液,立即生成蓝色沉淀。
- A.2.2.2.4 采用溴化钾压片法,按照 GB/T 6040 的规定试验,试样的红外光吸收图谱应与对照品红外吸收光谱图(见图 B.1)一致。

A.3 富马酸亚铁($C_4H_2FeO_4$)含量(以干基计)的测定

A.3.1 方法提要

在酸性介质中,用硫酸铈标准溶液滴定,以 1,10-菲啰啉-亚铁指示剂指示终点。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 硫酸溶液: $c\left(\frac{1}{2} \text{H}_2\text{SO}_4\right) = 2 \text{ mol/L}$ 。量取 55.4 mL 硫酸, 缓缓注入 800 mL 水中, 冷却再用水稀释至 1 L, 摆匀。

A.3.2.2 硫酸铈标准滴定溶液: $c[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2] = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.3.2.3 1,10-菲啰啉-亚铁指示剂:称取 1.485 g 1,10-菲啰啉,加 0.965 g 无水硫酸亚铁,溶于 100 mL 水中摇匀,溶液保存于密闭容器内。

A.3.3 分析步骤

称取试样约 0.5 g(精确至 0.000 1 g), 置于 250 mL 锥形瓶中, 加 25 mL 硫酸溶液, 加热溶解后放冷, 再加 25 mL 水, 混匀, 加入数滴 1,10-菲啰啉-亚铁指示剂, 用硫酸铈标准滴定溶液滴定至溶液颜色由红色转变为浅蓝色。同时进行空白试验。

A.3.4 结果计算

富马酸亚铁 ($C_4H_2FeO_4$, 以干基计) 的质量分数 w_1 , 按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{c \times (V - V_0) \times M}{m \times (1 - w_2) \times 1000} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (A.1)$$

式中：

c ——硫酸铈标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定试样溶液消耗的硫酸铈标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试样溶液消耗的硫酸铈标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

M ——富马酸亚铁的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), $[M(C_4H_2FeO_4)=169.90]$;

m ——试样的质量,单位为克(g);

w_2 ——实测试样干燥减量的质量分数, %;

1 000 ——换算因子。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。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 3%。结果保留小数点后两位。

A.4 三价铁(以 Fe^{3+} 计)的测定

A.4.1 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,用硫代硫酸钠标准溶液滴定,以此计算试样中的铁含量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 碘化钾。

A.4.2.2 盐酸。

A.4.2.3 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.4.2.4 淀粉指示液:5 g/L。

A.4.3 分析步骤

称取约 2 g 试样(精确至 0.0001 g), 置于碘量瓶中, 加 40 mL 水、4 mL 盐酸加热煮沸溶解, 冷却后

加入 60 mL 水和 3 g 碘化钾，水封瓶塞，振摇溶解，于暗处放置约 5 min，起塞并用少量水冲洗塞盖，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定，至淡黄色时，加 1 mL 淀粉指示液，继续滴定至蓝色消失为终点。同时进行空白试验。

A.4.4 结果计算

三价铁(以 Fe^{3+} 计)的质量分数 w_3 , 按式(A.2)计算:

式中：

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定试样溶液消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗的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), $[M(\text{Fe})=55.85]$;

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得超过算术平均值的 10 %。

A.5 硫酸盐(以 SO₄计)的测定

A.5.1 方法提要

在酸性介质中,试样中的硫酸根离子与钡离子生成硫酸钡沉淀,与同法处理的硫酸根标准溶液比较,作限量试验。

A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 盐酸。

A.5.2.2 氯化钡溶液:250 g/L。

A.5.2.3 硫酸盐标准溶液(硫酸钾配制):0.1 mg/mL。

A.5.3 分析步骤

称取约0.3 g试样(精确至0.01 g),加2 mL盐酸和20 mL水加热溶解,冷却后用水稀释至50 mL,振摇,过滤,保留滤液,等分为两份。取一份滤液,加5 mL氯化钡溶液,摇匀,放置10 min,如浑浊过滤至澄清,置于50 mL纳氏比色管中,加水至体积约40 mL,加3.0 mL硫酸盐标准溶液,用水稀释至50 mL,摇匀,放置10 min,作为对照液。另取一份滤液置于50 mL纳氏比色管中,加水至体积约40 mL,加5 mL氯化钡溶液,用水稀释至50 mL,摇匀,放置10 min,在黑色背景下,轴向观察,试样溶液所呈浊度不得大于对照溶液。

A.5.4 结果判定

如果试样溶液所呈浊度大于对照溶液，则试样中硫酸盐（以 SO_4 计）含量 $>0.2\%$ ；反之，硫酸盐（以 SO_4 计）含量 $\leq 0.2\%$ 。

附录 B
富马酸亚铁对照品参考红外吸收光谱图

富马酸亚铁对照品参考红外吸收光谱图见图 B.1。

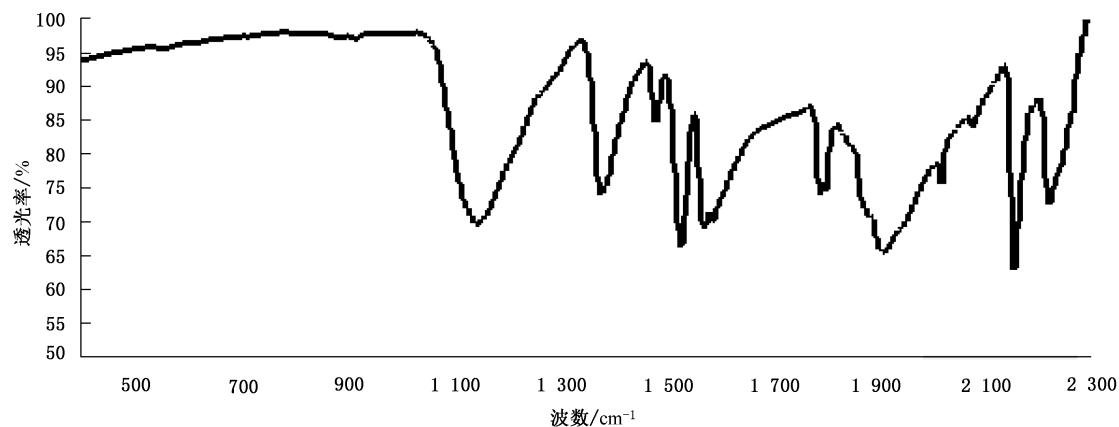


图 B.1 富马酸亚铁对照品参考红外吸收光谱图