



中华人民共和国国家标准

GB 25581—2010

食品安全国家标准
食品添加剂 亚铁氰化钾（黄血盐钾）

2010-12-21 发布

2011-02-21 实施

中华人民共和国卫生部发布

前　　言

本标准附录 A 为规范性附录。

食品安全国家标准

食品添加剂 亚铁氰化钾（黄血盐钾）

1 范围

本标准适用于食品添加剂亚铁氰化钾（黄血盐钾）。

2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

3 分子式和相对分子质量

3.1 分子式



3.2 相对分子质量

422.41(按 2007 年国际相对原子质量)

4 技术要求

4.1 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	淡黄色	取适量试样置于50mL烧杯中，在自然光下观察色泽和组织状态。
组织状态	结晶颗粒或粉末	

4.2 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
亚铁氰化钾 [$\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$] , w/%	≥ 99.0	附录 A 中 A.4
氯化物（以 Cl 计）, w/%	≤ 0.3	附录 A 中 A.5
水不溶物, w/%	≤ 0.02	附录 A 中 A.6
钠 (Na), w/%	≤ 0.2	附录 A 中 A.7
砷 (As) / (mg/kg)	≤ 1	附录 A 中 A.8
氰化物	通过检验	附录 A 中 A.9
六氰合铁 (III) 酸盐	通过检验	附录 A 中 A.10

附录 A
(资料性附录)
检验方法

A. 1 警示

本标准的检验方法中使用的部分试剂和样品具有毒性或腐蚀性，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。

A. 2 一般规定

本标准的检验方法中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—2008 中规定的三级水。试验中所用杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 之规定制备。

A. 3 鉴别试验

A. 3. 1 试剂和材料

A. 3. 1. 1 氨水。

A. 3. 1. 2 高氯酸溶液：1+10。

A. 3. 1. 3 硫酸溶液：1+8。

A. 3. 1. 4 氢氧化钠溶液：10g/L。

A. 3. 1. 5 三氯化铁溶液：5g/L。

A. 3. 2 分析步骤

A. 3. 2. 1 亚铁氰化物的鉴别

取 10mL10g/L 的试样溶液，加 1mL 三氯化铁溶液，生成暗蓝色沉淀，过滤，滤液作如下试验。

取上述滤液用氨水中和至中性，浓缩至三分之一，加 2 滴高氯酸溶液即生成白色沉淀，在氢氧化钠溶液或水中不溶，在硫酸溶液中能溶解。

A. 3. 2. 2 钾离子的鉴别

取一铂丝用盐酸润湿后，在无色火焰上燃烧至无色，蘸取试样在无色火焰上燃烧，在钴玻璃下火焰呈紫色。

A. 4 亚铁氰化钾的测定

A. 4. 1 方法提要

在酸性介质中，用硫酸锌标准滴定溶液滴定，以六氰合铁酸三钾和二苯胺作混合指示剂指示终点。

A. 4. 2 试剂和材料

A. 4. 2. 1 硫酸溶液：1+8。

A. 4. 2. 2 六氰合铁酸三钾溶液：10g/L（现用现配）。

A. 4. 2. 3 氨-氯化铵缓冲溶液（甲）：pH≈10。

A. 4. 2. 4 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液： $c(\text{EDTA}) = 0.03\text{mol/L}$ 。

A. 4. 2. 5 硫酸锌标准滴定溶液： $c(\text{ZnSO}_4) = 0.03\text{ mol/L}$ ；

配制和标定：称取 9.0g 七水合硫酸锌，溶于 1000mL 水中，摇匀。移取 30.00mL~35.00mL 配制

好的硫酸锌溶液，置于 250mL 锥形瓶中，加 70mL 水、10mL 氨-氯化铵缓冲溶液，加 5 滴铬黑 T 指示液，用乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液滴定至溶液由紫色变为纯蓝色。同时作空白试验。

空白试验：量取 100mL~105mL 水，置于 250mL 锥形瓶中，加 10mL 氨-氯化铵缓冲溶液（甲），从“加 5 滴铬黑 T 指示液……”开始与标定同时同样操作。

硫酸锌($ZnSO_4$)标准滴定溶液的浓度 c 按公式 (A.1) 计算:

$$c = \frac{(V_1 - V_0)c_1}{V} \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A.1})$$

式中：

V_1 ——滴定硫酸锌溶液消耗的乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）：

V_0 ——滴定空白溶液消耗的乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）：

c₁—乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V——移取硫酸锌溶液体积的数值，单位为毫升（mL）。

A. 4. 2. 6 铬黑T指示液: 5g/L。

A. 4. 2. 7 二苯胺指示液: 10g/L。

将1g二苯胺溶于100mL浓硫酸中。

A. 4. 3 分析步骤

称取约 5g 试样，精确至 0.000 2g，置于 500mL 容量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀。此溶液为试验溶液 A，此溶液用于亚铁氰化钾、氯化物、氰化物和六氰合铁（III）酸盐的测定和检验。

移取 25.00mL 试验溶液 A, 置于 500mL 锥形瓶中, 加 20mL 硫酸溶液, 3 滴~5 滴二苯胺指示液, 3 滴~5 滴六氰合铁酸三钾溶液, 加水至 100mL, 在剧烈搅拌下, 用硫酸锌标准滴定溶液滴定至溶液由黄绿色变为紫蓝色为终点。

A. 4. 4 结果计算

亚铁氰化钾以亚铁氰化钾 $[K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O]$ 的质量分数 w_1 计, 数值以%表示, 按公式(A.2)计算:

式中：

V——滴定消耗的硫酸锌标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c—硫酸锌标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

m—试料的质量的数值，单位为克(g)；

M——亚铁氰化钾 $[2/3\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)(M=281.6)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3 %。

A. 5 氯化物的测定

A. 5. 1 试剂和材料

同 GB/T 3051—2000 的第 4 章和硝酸锌溶液: 150g/L。

A. 5. 2 仪器和设备

同 GB/T 3051—2000 的第 5 章。

A. 5.3 分析步骤

用 100 mL 移液管两次移取共计 200.00 mL 试验溶液 A (A.4.3), 置于 250 mL 容量瓶中, 加硝酸锌溶液至刻度, 摆匀。放置分层, 用慢速滤纸干过滤, 弃去初始滤液, 移取 100mL 滤液, 置于 300mL 锥形瓶中, 加 3 滴溴酚蓝指示液, 滴加硝酸溶液至恰呈黄色, 再过量 5 滴。加入 1mL 二苯偶氮碳酰肼指示液, 使用微量滴定管, 用 0.05mol/L 硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为紫红色。

空白试验: 将 100mL 水置于 300mL 锥形瓶中, 从“加 3 滴溴酚蓝指示液……”开始与试样同样操作。

将滴定后的废液收集起来, 按 GB/T 3051—2000 中附录 D 的规定处理。

A. 5.4 结果计算

氯化物含量以氯(Cl)的质量分数 w_2 计, 数值以%表示, 按公式 (A.3)计算:

$$w_2 = \frac{(V - V_0)cM}{m \times (200/500) \times (100/250) \times 1000} \times 100\% \quad (\text{A.3})$$

式中:

V ——滴定试验溶液消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

V_0 ——滴定空白溶液消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

c ——硝酸汞标准滴定溶液浓度的准确数值, 单位为摩尔每升 (mol/L);

m ——A.4.3 称取的试料质量的数值, 单位为克 (g);

M ——氯(Cl)的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=35.45$)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.03 %。

A. 6 水不溶物的测定

A. 6.1 试剂和材料

硫酸铁铵溶液: 50g/L。

A. 6.2 仪器和设备

A. 6.2.1 玻璃砂坩埚: 滤板孔径为 $5 \mu\text{m} \sim 15 \mu\text{m}$ 。

A. 6.2.2 电热恒温干燥箱: 能控制温度在 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 。

A. 6.3 分析步骤

称取约 50g 试样, 精确至 0.1g, 置于 500mL 烧杯中, 加 100mL~150mL 水, 加热搅拌至试样完全溶解, 用已于 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚趁热过滤, 用热水洗涤至用硫酸铁铵溶液检验, 无蓝色出现为止。将玻璃砂坩埚连同不溶物一并移入电热恒温干燥箱中, 在 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

A. 6.4 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_3 计, 数值以%表示, 按公式(A.4)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad (\text{A.4})$$

式中:

m_1 ——玻璃砂坩埚连同不溶物的质量的数值, 单位为克 (g);

m_2 ——玻璃砂坩埚的质量的数值，单位为克(g)；

m—试料质量的数值，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.005%。

A.7 钠的测定

A. 7. 1 试剂和材料

A. 7.1.1 钠标准溶液：1mL溶液含钠（Na）0.01mg。

配制：移取1.00mL按HG/T3696.2配制的钠标准溶液，置于100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A.7.1.2 二级水：符合GB/T 6682—2008的规定。

A.7.2 仪器和设备

原子吸收光谱仪（具有火焰发射工作方式）或火焰分光光度计。

A.7.3 分析步骤

称取约 0.5g 试样，精确至 0.001g，置于 100mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。分别移取 2.00mL 上述溶液置于 4 个 100mL 容量瓶中，再分别加入 0.00 mL、2.00 mL、4.00mL、8.00mL 钠标准溶液，加水至刻度，摇匀。用原子吸收光谱仪或火焰分光光度计以火焰发射工作方式，于 589.0nm 波长处，用空气-乙炔火焰测定各溶液的吸光度。

以钠标准溶液中钠的质量 (mg) 为横坐标, 相应的吸光度为纵坐标, 绘制曲线, 将曲线反向延长与横坐标相交, 交点即为所测溶液中钠的质量。

A.7.4 结果计算

钠含量以钠（Na）的质量分数 w_1 计，数值以%表示，按公式（A.5）计算：

$$w_4 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times (2/100)} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A.5})$$

式中：

m_1 —从工作曲线上查得钠的质量的数值，单位为毫克 (mg)；

m—试料质量的数值，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

A. 8 磷的测定

称取 $2.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样, 置于测砷装置的锥形瓶中, 加约 40 mL 水溶解, 以下按 GB/T5009.76—2003 的第 11 章测定。

限量标准溶液的配制：移取 2.00mL 砷标准溶液 [1mL 溶液含有 $1.0 \mu\text{g}$ 砷 (As)]，与试样同时同样处理。

A.9 氯化物的试验

A.9.1 试剂和材料

A. 9. 1. 1 氨水溶液: 1+4。

A. 9. 1. 2 硫酸铜溶液: 1g/L;

将0.1g硫酸铜溶于100mL氨水中。

A. 9.2 分析步骤

将一条滤纸用硫酸铜溶液润湿，置于硫化氢气流中，滤纸呈黄褐色，在滤纸上滴 1 滴试验溶液 A (A.4.3) 不产生白色为合格。

A. 10 六氰合铁 (III) 酸盐的试验

A. 10.1 试剂和材料

A. 10.1.1 硝酸铅溶液：10g/L。

A. 10.1.2 联苯胺饱和乙酸溶液：联苯胺溶于 (1+7) 乙酸溶液中至饱和。

A. 10.2 分析步骤

将试验溶液 A (A.4.3) 稀释10倍，滴1滴在滴试板上，加1滴硝酸铅溶液，再加几滴乙酸铅溶液，没有蓝色沉淀或蓝色出现为合格。
