



中华人民共和国国家标准

GB 29211—2012

食品安全国家标准

食品添加剂 硫酸亚铁

2012-12-25 发布

2013-01-25 实施

中华人民共和国卫生部发布

食品安全国家标准

食品添加剂 硫酸亚铁

1 范围

本标准适用于铁与硫酸反应，经精制生产的食品添加剂七水合硫酸亚铁和硫酸亚铁干燥品。

2 化学名称、分子式和相对分子质量

2.1 化学名称

七水合硫酸亚铁
硫酸亚铁干燥品

2.2 分子式

七水合硫酸亚铁： $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$
硫酸亚铁干燥品： $\text{FeSO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$

2.3 相对分子质量

七水合硫酸亚铁：278.01(按2007年国际相对原子质量)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 硫酸亚铁干燥品

七水合硫酸亚铁经过加热烘干工艺生产的硫酸亚铁。加热烘干的程度不同，硫酸亚铁干燥品中含有不同比例的一水合硫酸亚铁和四水合硫酸亚铁。

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
	七水合硫酸亚铁	硫酸亚铁干燥品	
色 泽	灰色或蓝绿色	灰白色或淡绿色	取适量试样置于50 mL烧杯中，在自然光下观察色泽
状态	粒状晶体	粉末	和状态

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
	七水合硫酸亚铁	硫酸亚铁干燥品	
硫酸亚铁含量, w/%	(以 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 计) 99.5~104.5	(以 FeSO_4 计) 86.0~89.0	附录 A 中 A.4
铅 (Pb) / (mg/kg) ≤		2	附录 A 中 A.5
汞 (Hg) / (mg/kg) ≤		1	附录 A 中 A.6
砷 (As) / (mg/kg) ≤		3	GB/T 5009.76
酸不溶物, w/% ≤	—	0.05	附录 A 中 A.7

附录 A

检验方法

A. 1 警示

本标准的试样具有强腐蚀性，检验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作时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。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。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 铁氰化钾溶液：100 g/L。
- A. 3. 1. 2 氯化钡溶液：100 g/L。
- A. 3. 1. 3 盐酸溶液：1+1。
- A. 3. 1. 4 乙酸铅溶液：80 g/L。
- A. 3. 1. 5 乙酸铵溶液：100 g/L。

A. 3. 2 仪器和设备

酸度计：分度值为 0.02。

A. 3. 3 鉴别方法

A. 3. 3. 1 亚铁离子的鉴别

称取约 0.2 g 试样，溶于 10 mL 水中，滴加铁氰化钾溶液，生成深蓝色沉淀。

A. 3. 3. 2 硫酸根的鉴别

A. 3. 3. 2. 1 取约 1 g 试样，溶于 20 mL 水，加入氯化钡溶液，即产生白色沉淀，此白色沉淀不溶于盐酸溶液。

A. 3. 3. 2. 2 取约 1 g 试样，溶于 20 mL 水，加入乙酸铅溶液，即产生白色沉淀，此白色沉淀溶于乙酸铵溶液。

A. 3. 3. 2. 3 取约 1 g 试样，溶于 20 mL 水，加入盐酸不产生沉淀。

A. 3. 3. 3 酸性的鉴别

称取 $10 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样，溶于 100 mL 水中，搅拌均匀。使用已校准的酸度计测量溶液的 pH，应为 3.7 ± 0.5 。

A. 4 硫酸亚铁含量的测定

A. 4. 1 方法提要

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

A. 4. 2 试剂和材料

- A. 4. 2. 1 硫酸溶液： $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=2 \text{ mol/L}$ 。

A.4.2.2 1,10-菲啰啉-亚铁指示液：将0.700 g硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)溶于100 mL 15 g/L的1,10-菲啰啉溶液中，溶液保存于密闭容器内。

A.4.2.3 硫酸铈标准滴定溶液： $c(\text{CeSO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.4.3 分析步骤

称取约1 g七水合硫酸亚铁试样或约0.6 g硫酸亚铁干燥品，精确至0.000 2 g，置于500 mL锥形瓶中，加25 mL刚刚煮沸并冷却的水和25 mL硫酸溶液溶解，加入数滴1,10-菲啰啉-亚铁指示液，用硫酸铈标准滴定溶液由红色变为浅蓝色。

同时进行空白试验。空白试验除不加试样外，其他操作及加入试剂的种类和量(标准滴定溶液除外)与测定试验相同。

A.4.4 结果计算

硫酸亚铁(以 $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 计或以 FeSO_4 计)含量的质量分数 w_1 ，按式(A.1)计算：

$$w_1 = \frac{(V - V_0)cM}{m \times 1000} \times 100\% \quad (\text{A.1})$$

式中：

V ——滴定试样溶液消耗的硫酸铈标准滴定溶液的体积的数值，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的数值，单位为毫升(mL)；

c ——硫酸铈标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

m ——试样的质量的数值，单位为克(g)；

M ——七合硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)、硫酸亚铁(FeSO_4)的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)
[$M(\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}) = 278.01$ 、 $M(\text{FeSO}_4) = 151.91$]；

1000——换算因子。

实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0.3 %。

A.5 铅(Pb)的测定

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 盐酸溶液：3+1。

A.5.1.2 抗坏血酸-碘化钠溶液：100 mg/mL抗坏血酸溶液与192.5 mg/mL碘化钠水溶液等比例混合。

A.5.1.3 三正辛基氧膦溶液：称取5.0 g三正辛基氧膦转移到100 mL容量瓶中，用甲基异丁基甲酮溶解并稀释至刻度，摇匀。

警告：三正辛基氧膦具有刺激性，避免与眼睛、皮肤和衣服接触。

A.5.1.4 铅(Pb)标准溶液：0.1 mg/mL。

A.5.1.5 水：符合GB/T 6682—2008中二级水的规定。

A.5.2 仪器和设备

原子吸收分光光度计：配有铅空心阴极灯。

A.5.3 分析步骤

A.5.3.1 标准比对溶液的制备

移取1.0 mL铅标准溶液至100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。移取2.0 mL此溶液至50 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸溶液、10 mL水、20 mL抗坏血酸-碘化钠溶液、5.0 mL三正辛基氧膦溶液，振摇30 s，静置分层。向容量瓶中加水，使有机层升至容量瓶的颈部，再次摇匀并静置。

A.5.3.2 试样溶液的配制

称取1.0 g试样，精确至0.01 g，置于100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸溶液、10 mL水，振摇使试样溶解，再加入20 mL抗坏血酸-碘化钠溶液、5.0 mL三正辛基氧膦溶液，振摇30 s，静置分层。向容

量瓶中加水，使有机层升至容量瓶的颈部，再次摇匀并静置。

A. 5. 3. 3 测定

使用乙炔-空气火焰，在波长 283.3 nm 处将原子吸收分光光度计调至最佳工作状态，以甲基异丁基甲酮调零，测量试样溶液和标准比对溶液的吸光度，试样溶液的吸光度不应大于标准比对溶液的吸光度。

A. 6 汞 (Hg) 的测定

称取3 g试样，精确值0.01 g，加入30 mL硝酸溶液（1.7 mol/L），在蒸汽浴上加热溶解。在冰浴中冷却至室温，用已分别以硝酸溶液（1.7 mol/L）和水冲洗过的滤纸过滤。在滤液中加入20 mL乙酸钠溶液和1 mL盐酸羟胺溶液。同时制备空白试样溶液。然后按照GB/T 5009.17中规定方法进行测定。

A. 7 酸不溶物的测定

A. 7. 1 试剂和材料

硫酸溶液：1+99。

A. 7. 2 仪器和设备

A. 7. 2. 1 玻璃砂芯坩埚：滤板孔径为 $5\text{ }\mu\text{m}\sim 15\text{ }\mu\text{m}$ 。

A. 7.2.2 电热恒温干燥箱：能控制温度在 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

A. 7.3 分析步骤

称取约 2 g 试样，精确至 0.1 g，置于 500 mL 烧杯中，加入 20 mL 刚加热至沸的硫酸溶液使之溶解。然后加热至沸，盖上表面皿，在蒸气浴上加热 1 h。用已于 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的玻璃砂芯坩埚趁热过滤，用水洗涤 3 次~5 次。将玻璃砂芯坩埚移入电热恒温干燥箱中，在 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

A. 7.4 结果计算

酸不溶物含量的质量分数 w_2 , 按式(A.2)计算:

式中：

m_1 ——玻璃砂芯坩埚和不溶物的质量的数值，单位为克(g)；

m_2 ——玻璃砂芯坩埚的质量的数值，单位为克(g)；

m—试样质量的数值，单位为克(g)。

实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 0.005%。