



中华人民共和国国家标准

GB 30606—2014

食品安全国家标准

食品添加剂 甘氨酸亚铁

2014-04-29 发布

2014-11-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

食品安全国家标准

食品添加剂 甘氨酸亚铁

1 范围

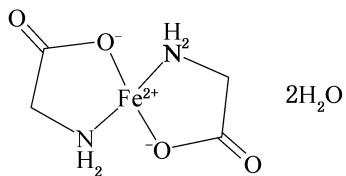
本标准适用于由甘氨酸和还原铁粉反应,经喷雾干燥制得的食品添加剂甘氨酸亚铁。

2 分子式、结构式和相对分子质量

2.1 分子式



2.2 结构式



2.3 相对分子质量

239.99(按 2011 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	黑褐色或灰绿色	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	粉末状	

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
二价铁(Fe^{2+})含量(以干基计), $w/\%$	20.0~23.7	附录 A 中 A.3
氮(以干基计), $w/\%$	10.0~12.0	A.4
三价铁(Fe^{3+})(以干基计), $w/\%$	≤ 2.0	A.5
干燥减量, $w/\%$	≤ 7.0	GB 5009.3 直接干燥法 ^a
总铁(以干基计), $w/\%$	19.0~24.0	A.6
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 1	GB 5009.12

^a 105 °C, 3 h。

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 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+3。

A.2.1.2 铁氰化钾溶液：100 g/L，临用前配制。

A.2.1.3 氢氧化钠溶液：43 g/L。

A.2.1.4 亚硝酸钠溶液：100 g/L。

A.2.2 鉴别方法

A.2.2.1 二价铁的鉴别

称取约 0.1 g 试样，精确至 0.01 g，溶于 10 mL 水中，向此溶液中滴加铁氰化钾溶液，即产生深蓝色的沉淀。该沉淀不溶于盐酸溶液中，但溶于氢氧化钠溶液中。另称取约 0.1 g 试样，精确至 0.01 g，溶于 20 mL 水中，滴加氢氧化钠溶液即产生青白色沉淀，摇动后颜色变为青绿色，然后变为棕褐色。

A.2.2.2 氨基的鉴别

称取约 0.1 g 试样，精确至 0.01 g，溶于 10 mL 水中，加入 5 滴盐酸溶液和新配制的亚硝酸钠溶液 1 mL 产生无色气体。

A.2.2.3 红外光谱鉴别

用红外吸收分光光度法，用溴化钾压片法制备试样，将试样谱图与对照谱图（见附录 B）比较，两者应基本一致。

A.3 二价铁含量的测定

A.3.1 方法提要

在酸性介质中，试样以 1,10-菲啰啉-亚铁为指示剂，用硫酸铈标准滴定溶液滴定，计算样品中的二价铁含量。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 硫酸。

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-亚铁指示液。

A.3.3 分析步骤

称取约 1 g 于干燥减量测定条件下干燥后的试样, 精确至 0.000 1 g, 置于已加有 150 mL 水和 10 mL 硫酸的 300 mL 锥形瓶中, 溶解。加入 1 滴 1,10-菲啰啉-亚铁指示液, 立即用硫酸铈标准滴定溶液滴定至浅黄色为终点。

在测定的同时, 按与测定相同的步骤, 对不加试样而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

A.3.4 结果计算

二价铁含量(以干基计)的质量分数 $w_1(\%)$ 按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times M}{m \times 1\,000} \times 100\% \quad \text{.....(A.1)}$$

式中:

V_1 ——试样消耗硫酸铈标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗硫酸铈标准滴定溶液体积的数值, 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 ——铁的摩尔质量数值, 单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{Fe})=55.85$];

m ——试样质量的数值, 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大于 0.2%。

A.4 氮的测定

A.4.1 方法提要

用凯氏定氮法测定样品中的氮含量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 硫酸钾。

A.4.2.2 五水硫酸铜。

A.4.2.3 硫酸。

A.4.2.4 氢氧化钠溶液: 300 g/L。

A.4.2.5 硼酸溶液: 20 g/L。

A.4.2.6 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.4.2.7 甲基红-次甲基蓝混合指示液。

A.4.3 分析步骤

A.4.3.1 自动定氮仪定氮法(仲裁法)

称取约 0.3 g 于干燥减量测定条件下干燥后的试样, 精确至 0.000 1 g, 置于自动定氮仪消化管中, 加入 3.0 g 硫酸钾, 0.15 g 五水硫酸铜, 沿瓶壁缓缓加入 10 mL 硫酸。置于消化装置上, 于 400 ℃ 消化 40 min, 冷却。置于自动定氮仪装置上, 消化管中加入 60 mL 氢氧化钠溶液, 吸收瓶中加入 50 mL 硼酸溶液和 8 滴甲基红-次甲基蓝混合指示液, 蒸馏至馏出液呈中性。用盐酸标准滴定溶液滴定至灰紫色。

为终点。

在测定的同时,按与测定相同的步骤,对不加试样而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

A.4.3.2 直接蒸馏法

按 HG/T 4103 中的直接蒸馏法进行测定。测定时称取 0.4 g 于干燥减量测定条件下干燥后的试样。

A.4.4 结果计算

氮含量(以干基计)的质量分数 w_2 (%)按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times M}{m \times 1\,000} \times 100\% \quad \text{.....(A.2)}$$

式中:

V_1 ——试样消耗盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氮的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(N)=14.01$];

m ——试样质量的数值,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(保留一位小数)。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 0.2%。

A.5 三价铁的测定

A.5.1 方法提要

在酸性介质中,试样以淀粉为指示剂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,计算试样中的三价铁含量。

A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 盐酸。

A.5.2.2 碘化钾。

A.5.2.3 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.5.2.4 淀粉指示液:10 g/L。

A.5.3 分析步骤

称取约 5 g 于干燥减量测定条件下干燥后的试样,精确至 0.0001 g,放入已加有 100 mL 水和 10 mL 盐酸的 250 mL 碘量瓶中,溶解。加入 3 g 碘化钾,盖上瓶塞,轻轻摇动,于暗处放置 5 min,加入 2 mL 淀粉指示液,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至蓝色消失为终点。

在测定的同时,按与测定相同的步骤,对不加试样而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

A.5.4 结果计算

三价铁含量的质量分数 w_3 (%)按式(A.3)计算:

$$w_3 = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times M}{m \times 1\,000} \times 100\% \quad \text{.....(A.3)}$$

式中：

V_1 ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
 V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
 c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
 M ——铁的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{Fe})=55.85$];
 m ——试样质量的数值,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大于 0.1%。

A.6 总铁的测定

A.6.1 方法提要

试样经过消化处理后,以淀粉作指示剂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,计算试样中的总铁含量。

A.6.2 试剂和材料

- A.6.2.1 硝酸。
- A.6.2.2 盐酸。
- A.6.2.3 碘化钾。
- A.6.2.4 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.6.2.5 淀粉指示液:10 g/L。

A.6.3 分析步骤

称取约 0.5 g 于干燥减量测定条件下干燥后的试样, 精确至 0.000 1 g, 置于消化器皿中, 加入 5 mL 硝酸, 混合均匀, 盖上表面皿, 或者使用蒸气回收装置, 在 95 ℃ ± 5 ℃ 保持不沸腾的情况下加热 30 min~40 min, 如果在规定时间内还有棕色烟气溢出, 则表明硝酸没有将样品完全消化, 再重新加入 2 mL 硝酸, 继续在上述条件下加热 15 min~20 min, 直至没有棕色烟气溢出, 继续加热消化样品直到体积减少至大约 3 mL, 确保在整个过程中器皿底部都被样品消化液覆盖, 取下消化器皿, 将其完全冷却, 加入 2 mL 盐酸, 继续在 95 ℃ ± 5 ℃ 保持不沸腾的情况下加热 15 min~20 min, 加入 2 mL 水使其沸腾。冷却至室温后, 加入 50 mL 水, 3 g 碘化钾, 摆匀, 于暗处放置 5 min, 用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定, 近终点时加入 2 mL 淀粉指示液, 继续滴定至蓝色消失为终点。

A.6.4 结果计算

总铁含量的质量分数 w_4 (%)按式(A.4)计算:

式中：

V ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
 c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
 M ——铁的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{Fe})=55.85$];
 m ——试样质量的数值,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大于 0.5%。

附录 B
甘氨酸亚铁的红外光谱图

甘氨酸亚铁的红外光谱图见图 B.1。

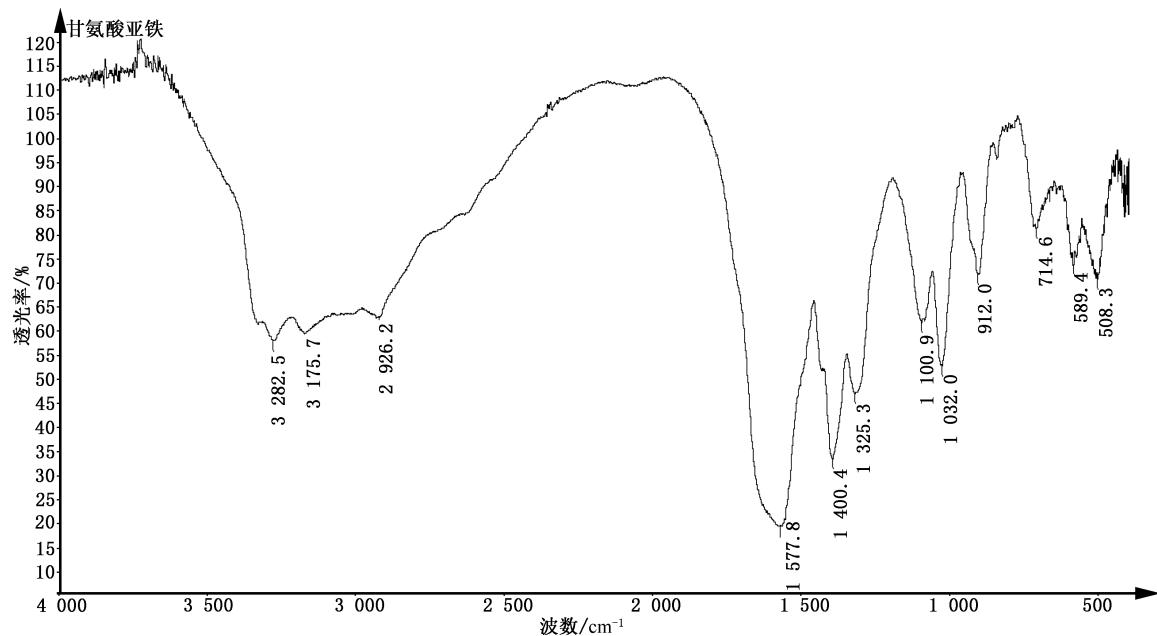


图 B.1 甘氨酸亚铁的红外光谱图