



中华人民共和国国家标准

GB 29212—2012

食品安全国家标准

食品添加剂 羰基铁粉

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 羰基铁粉

1 范围

本标准适用于以海绵铁为原料,与一氧化碳反应合成五羰基铁,五羰基铁经热分解制得的食品添加剂羰基铁粉。

2 化学名称、分子式和相对分子质量

2.1 化学名称

羰基铁

2.2 分子式

Fe

2.3 相对分子质量

55.85 (按 2007 年国际相对原子质量)

3 技术要求

3.1 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	黑灰色	取适量试样置于 50 mL 烧杯中, 在自然光下观察色泽
状态	粉末	和状态

3.2 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
铁(Fe) 含量, w/%	≥ 98.0	附录 A 中 A.4
砷(As) / (mg/kg)	≤ 3	附录 A 中 A.5
铅(Pb) / (mg/kg)	≤ 4	附录 A 中 A.6
汞(Hg) / (mg/kg)	≤ 2	附录 A 中 A.7
酸不溶物, w/%	≤ 0.2	附录 A 中 A.8
细度, w/%	通过 75 μm 标准筛 通过 45 μm 标准筛	100 95 附录 A 中 A.9

附录 A

检验方法

A. 1 警示

本标准的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 盐酸溶液：2+8。
- A. 3. 1. 2 铁氰化钾溶液：100 g/L。
- A. 3. 1. 3 氢氧化钠溶液：40 g/L。

A. 3. 2 鉴别方法

将少量试样溶于盐酸溶液中，有氢气逸出，停止后加入铁氰化钾溶液，生成不溶于盐酸溶液的黑蓝色沉淀。此沉淀可被氢氧化钠溶液分解，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，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 硫酸溶液：3+100。
- A. 4. 2. 2 硫酸铈标准滴定溶液： $c[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2]=0.1 \text{ mol/L}$ 。
- A. 4. 2. 3 1,10-菲啰啉-亚铁指示液。

A. 4. 3 分析步骤

称取约0.2 g试样，精确至0.000 2 g，置于250 mL锥形瓶，加50 mL硫酸溶液，盖上连有本生阀的瓶塞（本生阀的制作方法是在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）。在蒸汽浴上加热锥形瓶，使试样溶解，冷却，加50 mL沸腾并冷却的水稀释，加2滴1,10-菲啰啉-亚铁指示液，用硫酸铈标准滴定溶液滴定至红色变为淡蓝色，即为终点。

同时进行空白试验。空白试样溶液除不加试样外，其他操作和加入的试剂与试样溶液相同。

A. 4. 4 结果计算

铁(Fe)含量的质量分数 w_1 ，按式(A.1)计算：

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_0)cM}{m \times 1000} \times 100\% \dots \dots \dots \quad (\text{A.1})$$

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的数值，单位为毫升（mL）；
 V_0 ——滴定空白试样溶液所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的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；
 m ——试样质量的数值，单位为克（g）；
 M ——铁（Fe）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（ $M=55.85$ ）；
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 砷（As）的测定

称取1.00 g±0.01 g试样，置于锥形瓶中，加入25 mL硫酸溶液（3+100），蒸汽浴上加热至氢气停止逸出。冷却，加4 mL盐酸，以下操作按照GB/T 5009.76规定的方法进行测定。

A.6 铅（Pb）的测定

A.6.1 试剂和材料

- A.6.1.1 盐酸。
- A.6.1.2 硝酸。
- A.6.1.3 甲基异丁基甲酮。
- A.6.1.4 盐酸溶液：4+5。
- A.6.1.5 硝酸溶液：1+1。
- A.6.1.6 抗坏血酸-碘化钠溶液：称取20 g抗坏血酸和38.5 g碘化钠，加水溶解，转移到200 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。
- A.6.1.7 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：三正辛基氧膦溶液具有刺激性，避免与眼睛、皮肤和衣服接触。

- A.6.1.8 铅（Pb）标准溶液：0.002 mg/mL。
- A.6.1.9 水：符合GB/T 6682—2008中二级水的规定。

A.6.2 仪器和设备

原子吸收分光光度计：配有铅空心阴极灯。

A.6.3 分析步骤

A.6.3.1 玻璃仪器的清洗

所有配制溶液的玻璃容器用前应在硝酸溶液中浸泡30 min，并用自来水反复冲洗，最后用水冲洗干净。

A.6.3.2 试样溶液的制备

称取1.00 g±0.01 g试样，置于50 mL烧杯中，盖上表面皿，缓慢地加入8 mL盐酸、2 mL硝酸，待反应平静后，在蒸汽浴上蒸发至干，冷却。加入10 mL盐酸溶液溶解残渣，如果需要可适当加热。溶解后，用10 mL水冲洗转移到125 mL分液漏斗中，加入20 mL抗坏血酸-碘化钠溶液、5 mL三正辛基氧膦溶液，振摇30 s，静置分层，弃去水相，将有机相放入10 mL具塞刻度管中，备用。

A.6.3.3 标准参比溶液的制备

取2 mL铅标准溶液于50 mL烧杯中，盖上表面皿，缓慢地加入8 mL盐酸、2 mL硝酸，在蒸汽浴上蒸发至干，冷却。加入10 mL盐酸溶液溶解残渣，用10 mL水冲洗转移到125 mL分液漏斗中，加入20 mL抗坏血酸-碘化钠溶液、5 mL三正辛基氧膦溶液，振摇30 s，静置分层，弃去水相，将有机相放

入 10 mL 具塞刻度管中，备用。

A. 6.4 测定

在波长283.3 nm处，使用空气-乙炔火焰，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，分别测量标准参比溶液、试样溶液的吸光度，试样溶液的吸光度不应大于标准参比溶液的吸光度。

A. 7 汞（Hg）的测定

称取2.00 g±0.01 g试样，置于250 mL烧杯中，加入20 mL硝酸溶液（1+2），在蒸汽浴上消解45 min。加5 mL盐酸溶液（1+3），继续在蒸汽浴上加热直到试样完全溶解。冷却至室温，过滤，其他操作按照GB/T 5009.17规定的方法进行测定。

A. 8 酸不溶物的测定

A. 8.1 试剂和材料

A. 8.1.1 硫酸溶液：3+100。

A. 8.1.2 氯化钡（BaCl₂•2H₂O）溶液：122 g/L。

A. 8.2 仪器和设备

A. 8.2.1 电热恒温干燥箱：温度可控制在105 °C±2 °C。

A. 8.2.2 玻璃砂芯坩埚：滤板孔径5 μm~15 μm。

A. 8.3 分析步骤

称取1.00 g±0.01 g试样，置于100 mL烧杯中，加25 mL硫酸溶液。蒸汽浴上加热，直至氢气逸尽。用预先于105 °C±2 °C干燥至质量恒定的玻璃砂芯坩埚过滤。用水洗涤至滤液无硫酸盐反应（用氯化钡溶液检验），置于电热恒温干燥箱中，于105 °C±2 °C下干燥1 h，冷却，称量。

A. 8.4 结果计算

酸不溶物的质量分数w₂，按式（A.2）计算：

$$w_2 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A.2})$$

式中：

m₁——玻璃砂芯坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m₂——玻璃砂芯坩埚和不溶物的质量的数值，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0.1%。

A. 9 细度的测定

A. 9.1 仪器和设备

A. 9.1.1 振筛机：摇动频率270 r/min~300 r/min，振动频率140 次/min~160 次/min。

A. 9.1.2 试验筛：φ200×50—0.075/0.05，φ200×50—0.045/0.032 GB/T 6003.1—1997。

A. 9.2 分析步骤

将试验筛按筛孔尺寸由小至大、自下而上安装好。称取约100 g试样，精确至0.01 g，倒入最上层试验筛中，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.9.3 结果计算

细度的质量分数 w_3 , 按式 (A.3) 计算:

$$w_3 = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A.3})$$

式中:

m ——试样质量的数值, 单位为克 (g);

m_1 ——筛余物的质量的数值, 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 2%。
