



中华人民共和国国家标准

GB 1886.251—2016

食品安全国家标准 食品添加剂 氧化铁黑

2016-08-31 发布

2017-01-01 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 氧化铁黑

1 范围

本标准适用于以亚铁盐为原料,经空气氧化法制得食品添加剂氧化铁黑。

2 化学名称、分子式和相对分子质量

2.1 化学名称

四氧化三铁

2.2 分子式

Fe_3O_4

2.3 相对分子质量

231.55(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	黑色	取适量试样均匀置于白糖瓷盘内,在自然光线下观察其色泽和状态
状态	粉末	

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
氧化铁黑含量(以 Fe 计), $w/\%$	\geq	68	附录 A 中 A.3
水溶物, $w/\%$	\leq	1.0	附录 A 中 A.4
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	\leq	3.0	GB 5009.11 银盐法 ^a

表 2 (续)

项 目	指标	检验方法
铅(Pb)/(mg/kg) ≤	10.0	附录 A 中 A.5
汞(Hg)/(mg/kg) ≤	1.0	附录 A 中 A.6
镉(Cd)/(mg/kg) ≤	1.0	附录 A 中 A.7
^a 称样量为 0.5 g,加硝酸-高氯酸混合液为 20 mL。		

附 录 A
检 验 方 法

A.1 一般规定

本标准除另有规定外,所用试剂的纯度均为分析纯,所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,应按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,试验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规定。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 试剂和溶液

A.2.1.1 盐酸溶液:1+9。

A.2.1.2 硫氰酸铵溶液:称取 8 g 硫氰酸铵,精确至 0.01 g,加水溶解并定容至 100 mL。

A.2.2 鉴别方法

称取 0.1 g 试样,精确至 0.01 g,加盐酸溶液 5 mL,煮沸,冷却,滴加硫氰酸铵溶液,应呈现血红色。

A.3 氧化铁黑含量(以 Fe 计)的测定

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 30 %过氧化氢。

A.3.1.2 碘化钾。

A.3.1.3 盐酸溶液:9+20。

A.3.1.4 淀粉指示液:取 0.5 g 可溶性淀粉,加水 5 mL 搅匀后,缓缓倾入 100 mL 沸水中,边加边搅拌,继续煮沸 2 min,放冷,倾取上层清液,即得。本液应临用新制。

A.3.1.5 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.3.2 分析步骤

称取 0.2 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于已加入 10 mL 盐酸溶液的 200 mL 锥形瓶中,小心加热至沸,使试样完全溶解。冷却后,加 6 滴~7 滴过氧化氢,继续煮沸约 3 min,冷却,加入 30 mL 水和 2 g 碘化钾,静置 5 min。再加 30 mL 水,加入 2.5 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。同时做空白试验。

A.3.3 结果计算

氧化铁黑含量(以 Fe 计)的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

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

式中:

V_1 ——试样溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

- V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 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——体积换算系数。

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 0.3 %。

A.4 水溶物的测定

A.4.1 分析步骤

称取 5 g 试样,精确至 0.01 g,置于 400 mL 烧杯中,加 200 mL 水煮沸 5 min,搅拌,溶解。冷却后转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,静置 10 min,过滤。移取 100 mL 滤液于已干燥至恒重的蒸发皿中,在沸水浴上小心蒸干。蒸干的残余物于 105 °C~110 °C 干燥 2 h,置于干燥器中冷却至室温,称重。

A.4.2 结果计算

水溶物的质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{m_2 \times 2.5}{m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

- m_2 ——残余物的质量,单位为克(g);
 2.5 ——体积换算系数;
 m_1 ——试样的质量,单位为克(g)。

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 0.05 %。结果保留至小数点后两位。

A.5 铅(Pb)的测定

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 4-甲基-2-戊酮(MIBK)。

A.5.1.2 过氧化氢。

A.5.1.3 盐酸溶液:1+10。

A.5.1.4 铅标准溶液:按 GB/T 602 配制和标定后,再根据使用的仪器要求进行稀释配制成含铅分别为 0.5 μg/mL、1 μg/mL、1.5 μg/mL 三种浓度的标准溶液。

A.5.2 仪器和设备

原子吸收光谱仪。

A.5.3 分析步骤

称取约 2 g 试样,精确至 0.01 g,置于 100 mL 烧杯中,加入 15 mL 盐酸溶液,在电热板上加热至完全溶解,冷却后,加 2 mL 过氧化氢,继续加热至微沸并保持 3 min,冷却后加入 25 mL 4-甲基-2-戊酮和

10 mL 盐酸溶液,将溶液转移至 125 mL 分液漏斗中;振摇 2 min 后,静置 30 s,将下层水相移入烧杯,加热至溶液浓缩到约 5 mL~10 mL,将残留溶液过滤,用水洗涤滤渣,与滤液合并后定容至 100 mL,备用。按相同方法制备空白溶液。

按 A.5.1.4 配制铅标准溶液,并按 GB 5009.12 火焰原子吸收光谱法测定。

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 1.0 mg/kg。

A.6 汞(Hg)的测定

A.6.1 试剂和材料

A.6.1.1 氢氧化钠溶液:1 g/L。

A.6.1.2 硼氢化钠溶液:8 g/L(溶剂为 1 g/L 的氢氧化钠溶液)。

A.6.1.3 汞标准溶液:按 GB/T 602 配制和标定后,再根据使用的仪器要求进行稀释配制成含汞分别为 0.001 $\mu\text{g/mL}$ 、0.002 $\mu\text{g/mL}$ 、0.003 $\mu\text{g/mL}$ 三种浓度的标准溶液。

A.6.2 仪器和设备

原子吸收光谱仪。

A.6.3 原子吸收光谱仪器参考条件

A.6.3.1 汞空心阴极灯波长:253.7 nm。

A.6.3.2 载气:氙气。

A.6.3.3 载气流速:200 mL/min。

A.6.3.4 原子化器温度:室温。

A.6.4 分析步骤

按 A.5.3 配制试样溶液和空白溶液,开启仪器,待仪器及汞空心阴极灯充分预热,基线稳定后,用硼氢化钠溶液作氢化物还原发生剂,以标准空白(不含汞的标准溶液)、标准溶液、试样空白(不含试样的空白溶液)及试样溶液的顺序,按电脑指令分别进样。测试结束后电脑自动生成工作曲线及扣除样品空白后的试样液中汞浓度,输入样品信息(名称、称样量、稀释体积等),即自动换算出试样中汞含量。

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 mg/kg。

A.7 镉(Cd)的测定

根据使用的仪器要求进行稀释配制成含镉分别为 0.05 $\mu\text{g/mL}$ 、0.1 $\mu\text{g/mL}$ 、0.15 $\mu\text{g/mL}$ 三种浓度的标准溶液,按 A.5.3 配制试样溶液和空白溶液,并按 GB 5009.15 原子吸收光谱法测定。

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 mg/kg。