

中华人民共和国国家标准

GB 1903.59—2023

食品安全国家标准

食品营养强化剂 氯化铬

2023-09-06 发布

2024-03-06 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国 家 市 场 监 督 管 理 总 局 发 布

食品安全国家标准

食品营养强化剂 氯化铬

1 范围

本标准适用于以三氧化铬及盐酸为原料进行反应,经还原制得的食品营养强化剂氯化铬。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

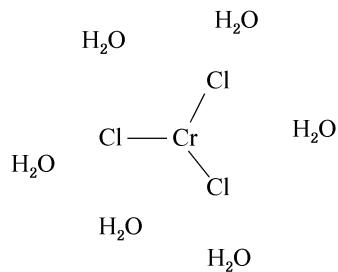
2.1 化学名称

三氯化铬六水合物

2.2 分子式

$\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

2.3 结构式



2.4 相对分子质量

266.44(按 2018 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	绿色至紫色	取适量试样,均匀置于清洁、干燥的白瓷盘或透明烧杯中,在自然光下,观察其色泽和状态
状态	晶体或结晶性粉末	

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
氯化铬(以 CrCl ₃ · 6 H ₂ O 计), w/%	98.0~101	附录 A 中 A.3
水不溶物, w/%	≤ 0.01	HG/T 4311—2012
氨水溶解物(以硫酸盐计), w/%	≤ 0.20	附录 A 中 A.4
硫酸盐(以 SO ₄ 计), w/%	≤ 0.01	附录 A 中 A.5
铁(Fe), w/%	≤ 0.01	HG/T 4311—2012
砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 1.0	GB 5009.11 或 GB 5009.76
镉(Cd)/(mg/kg)	≤ 1.0	GB 5009.15
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 1.0	GB 5009.12 或 GB 5009.75
总汞(Hg)/(mg/kg)	≤ 1.0	GB 5009.17
六价铬(Cr ⁶⁺)/(mg/kg)	≤ 250	附录 A 中 A.6

附录 A

检验方法

A.1 一般规定

本标准所用试剂和水,除特别说明,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水及以上试验用水。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 铬的鉴别

A.2.1.1 试剂和材料

A.2.1.1.1 过氧化氢:30%。

A.2.1.1.2 氢氧化钠。

A.2.1.1.3 氢氧化钠溶液(5 mol/L):称取 20 g 氢氧化钠,精确至 0.01 g,加适量水溶解,冷却至室温后定容至 100 mL。

A.2.1.2 仪器和设备

A.2.1.2.1 电子天平,感量 0.01 g。

A.2.1.2.2 水浴锅。

A.2.1.3 分析步骤

称取 0.4 g 样品,精确至 0.01 g,置于 100 mL 容量瓶中,用适量水溶解并定容,混匀。吸取 5.00 mL 溶液,加入 1 mL 氢氧化钠溶液(A.2.1.1.3),0.50 mL 过氧化氢(A.2.1.1.1),沸水浴缓慢加热 2 min,应出现黄色。

A.2.2 氯的鉴别

A.2.2.1 试剂和材料

A.2.2.1.1 氨水:25%。

A.2.2.1.2 硝酸。

A.2.2.1.3 硝酸银。

A.2.2.1.4 硝酸银试液(17 g/L):按照 GB/T 603 配制。

A.2.2.2 仪器和设备

电子天平,感量 0.01 g。

A.2.2.3 分析步骤

称取 0.4 g 样品,精确至 0.01 g,置于 100 mL 容量瓶中,用适量水溶解并稀释至刻度,混匀。吸取 5.00 mL 溶液,加入 1 mL 硝酸银溶液(A.2.2.1.4),产生白色絮状沉淀,加入 1 mL 硝酸(A.2.2.1.2),沉淀不溶解,加入 10 mL 氨水(A.2.2.1.1),沉淀溶解。

A.3 氯化铬含量的测定(以 CrCl₃ · 6H₂O 计)

A.3.1 原理

在碱性条件下,将三价铬氧化为六价铬,用硫代硫酸钠标准滴定溶液进行滴定。

A.3.2 试剂和材料

- A.3.2.1 过氧化氢:30%。
 - A.3.2.2 硫酸镍。
 - A.3.2.3 硫酸。
 - A.3.2.4 盐酸。
 - A.3.2.5 碘化钾。
 - A.3.2.6 碳酸氢钠。
 - A.3.2.7 氢氧化钠溶液(5 mol/L):同 A.2.1.1.3。
 - A.3.2.8 硫酸镍溶液(50 mg/mL):称取 5 g 硫酸镍,精确至 0.01 g,加适量水溶解并定容至 100 mL。
 - A.3.2.9 硫酸溶液:吸取 6 mL 硫酸,缓慢注入 100 mL 水中,冷却后使用。
 - A.3.2.10 碘化钾-碳酸氢钠溶液:称取 4 g 碘化钾,2 g 碳酸氢钠,精确至 0.01 g,加适量水溶解并定容至 100 mL。
 - A.3.2.11 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.3.2.12 淀粉指示剂(10 g/L):按照 GB/T 603 配制。

A.3.3 仪器和设备

- A.3.3.1 电子天平, 感量 0.000 1 g。
 - A.3.3.2 电子天平, 感量 0.01 g。
 - A.3.3.3 电炉。

A.3.4 分析步骤

称取 0.4 g 样品, 精确至 0.000 1 g, 置于 500 mL 具塞锥形烧瓶中, 加入 100 mL 水, 摆匀。加入 5 mL 氢氧化钠溶液(A.3.2.7), 摆匀。缓慢加入 4 mL 过氧化氢(A.3.2.1), 煮沸 5 min, 冷却, 加 5 mL 硫酸镍溶液(A.3.2.8), 煮沸至无氧, 逐滴加入硫酸溶液(A.3.2.9), 直到溶液颜色由黃变橙, 加入新配制的 100 mL 碘化钾-碳酸氢钠溶液中(A.3.2.10), 加 6 mL 盐酸(A.3.2.4), 迅速盖上塞子, 暗处放置 10 min, 用少量水洗塞子及瓶口, 用 0.1 mol/L 硫代硫酸钠滴标准溶液(A.3.2.11)进行滴定, 至浅黃色, 加入 1 mL 淀粉指示剂(A.3.2.12), 继续滴定至亮綠色即为终点。

A.3.5 结果计算

氯化铬含量 w_1 , 数值以%表示, 按式(A.1)进行计算。

式中：

V——滴定试样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浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

M——1/3 氯化铬($\frac{1}{3}$ CrCl₃ · 6 H₂O)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)(M=88.81);

m——称取试样的质量,单位为克(g)。

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 1%。

A.4 氨水溶解物的测定

A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 氨水:25%。

A.4.1.2 硫酸。

A.4.2 仪器和设备

A.4.2.1 水浴锅。

A.4.2.2 高温炉:550 ℃±25 ℃。

A.4.2.3 电子天平,感量 0.000 1 g。

A.4.3 分析步骤

称取 2.00 g 样品,精确至 0.000 1 g,加入 80 mL 水溶解,加热至沸腾,冷却,加入 30 mL 氨水(A.4.1.1)使溶液沉淀。继续加热去除过量氨水,冷却,用水稀释至 100 mL,混匀。用中速滤纸过滤,取 50.0 mL 澄清的滤液置于已经灼烧至恒重的蒸发皿中(蒸发皿质量记为 m_1),在滤液中加入 0.5 mL 硫酸(A.4.1.2),在蒸气浴上缓慢挥干,缓慢加热除去多余的酸,将蒸发皿置于 550 ℃ 高温炉中灼烧 4 h,取出冷却后称重,质量记为 m_2 。 m_2 与 m_1 质量之差即为残渣质量。

A.4.4 结果及判定

残渣质量不得超过 2 mg,即为氨水溶解物≤0.20%(以硫酸盐计)。

A.5 硫酸盐的测定

A.5.1 方法提要

样品中的硫酸盐与氯化钡反应生成不溶于水的硫酸钡,与标准管比较,目视比浊测定。

A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 盐酸。

A.5.2.2 氯化钡。

A.5.2.3 氯化钡试液(5 g/100 mL):称取 5 g 氯化钡,精确至 0.01 g,加水溶解并定容至 100 mL。

A.5.2.4 盐酸溶液(3 mol/L):量取 30 mL 浓盐酸,加入到 50 mL 纯水中,加水稀释至 120 mL。

A.5.2.5 硫酸盐标准溶液(0.1 mg/mL,以 SO_4^{2-} 计):按照 GB/T 602 配制。

A.5.3 仪器和设备

A.5.3.1 电子天平,感量 0.01 g。

A.5.3.2 离心机,转速≥7 000 r/min。

A.5.4 分析步骤

称取样品 1.0 g,精确至 0.01 g,加入 10 mL 水溶解。加入 1 mL 盐酸溶液(A.5.2.4),加水至约 40 mL,作为样品溶液。另取一对照管,加入 1 mL 盐酸溶液(A.5.2.4)、1 mL 硫酸盐标准溶液(A.5.2.5),加水至约 40 mL,作为对照品溶液。将样品溶液与对照品溶液用慢速滤纸过滤,滤液置于 50 mL 离心管中,加入 3 mL 氯化钡试液(A.5.2.3),在 7 000 r/min 下离心 5 min,缓慢倒出液体。加入

5 mL 水,振荡使沉淀物溶解,溶液转移至 10 mL 比色管中,加水定容至 10 mL。

将样品管与标准管进行比较,样品管浊度不得高于标准管,即试样中的硫酸盐不大于 0.01%。

A.6 六价铬(Cr^{6+})的测定

A.6.1 方法提要

在酸性介质中,六价铬与二苯碳酰二肼生成紫红色络合物,采用分光光度法于最大吸收波长 540 nm 处进行测定。

A.6.2 试剂和材料

A.6.2.1 盐酸。

A.6.2.2 硫酸。

A.6.2.3 二苯碳酰二肼。

A.6.2.4 盐酸溶液:量取 50 mL 浓盐酸,加入到 50 mL 水中。

A.6.2.5 硫酸溶液:量取 50 mL 浓硫酸,缓慢加入 50 mL 纯水中,冷却。

A.6.2.6 二苯碳酰二肼溶液(10 g/L):称取二苯碳酰二肼 0.5 g,精确至 0.01 g,溶于 50 mL 丙酮中,加入 1 滴冰乙酸,摇匀,置于棕色瓶中,于 4 ℃以下冷藏保存,如颜色变棕色则不能使用。

A.6.2.7 铬标准储备溶液(0.1 mg/mL):按照 GB/T 602 规定的方法配制,或购买带有证书的标准物质。

A.6.2.8 铬标准使用溶液(5 $\mu\text{g}/\text{mL}$):移取 5 mL 铬标准储备溶液,用三级实验室用水定容至 100 mL。

A.6.3 仪器和设备

A.6.3.1 电子天平,感量 0.000 1 g。

A.6.3.2 电子天平,感量 0.01 g。

A.6.3.3 分光光度计。

A.6.4 分析步骤

A.6.4.1 工作曲线的绘制

分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 铬标准溶液,置于 5 只 100 mL 容量瓶中,分别加水至约 80 mL。分别加入 2 mL 硫酸溶液(A.6.2.5)、1 mL 盐酸溶液(A.6.2.4),摇匀。加入 1.00 mL 二苯碳酰二肼溶液(A.6.2.6),用水稀释至刻度,摇匀,放置 20 min。用 3 cm 比色皿,于 540 nm 波长处,用三级实验室用水调零,分别测量标准溶液的吸光度。以六价铬的质量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

A.6.4.2 样品测定

称取 0.4 g 样品,精确至 0.000 1 g,置于 200 mL 容量瓶中,加水溶解并定容至刻度,摇匀。吸取 2 份 50 mL 溶液于 2 个 100 mL 容量瓶中,其中 1 份作为样品溶液 A,另 1 份作为空白溶液 B。在 2 个容量瓶中分别加入 2 mL 硫酸溶液(A.6.2.5)、1 mL 盐酸溶液(A.6.2.4)。在样品溶液 A 中加入 1 mL 二苯碳酰二肼溶液(A.6.2.6),空白溶液 B 中不加。2 个容量瓶分别定容至满刻度,摇匀,放置 20 min。用 3 cm 比色皿,于 540 nm 波长处,以空白溶液 B 作为参比溶液,测量样品溶液 A 的吸光度。根据标准曲线计算样品管中六价铬含量。

A.6.4.3 结果计算

样品中六价铬含量 w_2 , 数值以 mg/kg 表示, 按式(A.2)进行计算。

式中：

m_1 ——从标准曲线上计算得出的样品管中六价铬的质量,单位为毫克(mg);

m ——称取试样的质量,单位为克(g);

4 ——试样稀释倍数；

1 000——单位换算系数。

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。