



中华人民共和国国家标准

GB 25581—2010

食品安全国家标准
食品添加剂 亚铁氰化钾（黄血盐钾）

2010-12-21 发布

2011-02-21 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

本标准附录 A 为规范性附录。

食品安全国家标准

食品添加剂 亚铁氰化钾（黄血盐钾）

1 范围

本标准适用于食品添加剂亚铁氰化钾（黄血盐钾）。

2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

3 分子式和相对分子质量

3.1 分子式



3.2 相对分子质量

422.41(按 2007 年国际相对原子质量)

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
色泽	淡黄色	取适量试样置于 50mL 烧杯中，在自然光下观察色泽和组织状态。
组织状态	结晶颗粒或粉末	

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	
亚铁氰化钾 $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ ，w/%	≥	99.0	附录 A 中 A.4
氯化物（以 Cl 计），w/%	≤	0.3	附录 A 中 A.5
水不溶物，w/%	≤	0.02	附录 A 中 A.6
钠（Na），w/%	≤	0.2	附录 A 中 A.7
砷（As）/（mg/kg）	≤	1	附录 A 中 A.8
氰化物		通过检验	附录 A 中 A.9
六氰合铁（III）酸盐		通过检验	附录 A 中 A.10

附录 A (资料性附录)

检验方法

A.1 警示

本标准的检验方法中使用的部分试剂和样品具有毒性或腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

A.2 一般规定

本标准的检验方法中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。试验中所用杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 之规定制备。

A.3 鉴别试验

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 氨水。

A.3.1.2 高氯酸溶液: 1+10。

A.3.1.3 硫酸溶液: 1+8。

A.3.1.4 氢氧化钠溶液: 10g/L。

A.3.1.5 三氯化铁溶液: 5g/L。

A.3.2 分析步骤

A.3.2.1 亚铁氰化物的鉴别

取 10mL 10g/L 的试样溶液,加 1mL 三氯化铁溶液,生成暗蓝色沉淀,过滤,滤液作如下试验。

取上述滤液用氨水中和至中性,浓缩至三分之一,加 2 滴高氯酸溶液即生成白色沉淀,在氢氧化钠溶液或水中不溶,在硫酸溶液中能溶解。

A.3.2.2 钾离子的鉴别

取一铂丝用盐酸润湿后,在无色火焰上燃烧至无色,蘸取试样在无色火焰上燃烧,在钴玻璃下火焰呈紫色。

A.4 亚铁氰化钾的测定

A.4.1 方法提要

在酸性介质中,用硫酸锌标准滴定溶液滴定,以六氰合铁酸三钾和二苯胺作混合指示剂指示终点。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 硫酸溶液: 1+8。

A.4.2.2 六氰合铁酸三钾溶液: 10g/L (现用现配)。

A.4.2.3 氨-氯化铵缓冲溶液 (甲): pH≈10。

A.4.2.4 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准滴定溶液: $c(\text{EDTA}) = 0.03\text{mol/L}$ 。

A.4.2.5 硫酸锌标准滴定溶液: $c(\text{ZnSO}_4) = 0.03\text{mol/L}$;

配制和标定: 称取 9.0g 七水合硫酸锌,溶于 1000mL 水中,摇匀。移取 30.00mL~35.00mL 配制

好的硫酸锌溶液，置于 250mL 锥形瓶中，加 70mL 水、10mL 氨-氯化铵缓冲溶液，加 5 滴铬黑 T 指示液，用乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液滴定至溶液由紫色变为纯蓝色。同时作空白试验。

空白试验：量取 100mL~105mL 水，置于 250mL 锥形瓶中，加 10mL 氨-氯化铵缓冲溶液（甲），从“加 5 滴铬黑 T 指示液……”开始与标定同时同样操作。

硫酸锌($ZnSO_4$)标准滴定溶液的浓度 c 按公式 (A.1) 计算：

$$c = \frac{(V_1 - V_0)c_1}{V} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

V_1 ——滴定硫酸锌溶液消耗的乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 ——滴定空白溶液消耗的乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

c_1 ——乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

V ——移取硫酸锌溶液体积的数值，单位为毫升（mL）。

A. 4. 2. 6 铬黑T指示液：5g/L。

A. 4. 2. 7 二苯胺指示液：10g/L。

将1g二苯胺溶于100mL浓硫酸中。

A. 4. 3 分析步骤

称取约 5g 试样，精确至 0.000 2g，置于 500mL 容量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀。此溶液为试验溶液 A，此溶液用于亚铁氰化钾、氯化物、氰化物和六氰合铁（III）酸盐的测定和检验。

移取 25.00mL 试验溶液 A，置于 500mL 锥形瓶中，加 20mL 硫酸溶液，3 滴~5 滴二苯胺指示液，3 滴~5 滴六氰合铁酸三钾溶液，加水至 100mL，在剧烈搅拌下，用硫酸锌标准滴定溶液滴定至溶液由黄绿色变为紫蓝色为终点。

A. 4. 4 结果计算

亚铁氰化钾以亚铁氰化钾[$K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$]的质量分数 w_1 计，数值以%表示，按公式 (A.2)计算：

$$w_1 = \frac{VcM}{m \times (25/500) \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

V ——滴定消耗的硫酸锌标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——硫酸锌标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

M ——亚铁氰化钾[$2/3K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$]的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=281.6$ ）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3 %。

A. 5 氯化物的测定

A. 5. 1 试剂和材料

同 GB/T 3051—2000 的第 4 章和硝酸锌溶液：150g/L。

A. 5. 2 仪器和设备

同 GB/T 3051—2000 的第 5 章。

A. 5.3 分析步骤

用 100 mL 移液管两次移取共计 200.00 mL 试验溶液 A (A.4.3)，置于 250 mL 容量瓶中，加硝酸锌溶液至刻度，摇匀。放置分层，用慢速滤纸干过滤，弃去初始滤液，移取 100mL 滤液，置于 300mL 锥形瓶中，加 3 滴溴酚蓝指示液，滴加硝酸溶液至恰呈黄色，再过量 5 滴。加入 1mL 二苯偶氮碳酰肼指示液，使用微量滴定管，用 0.05mol/L 硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为紫红色。

空白试验：将 100mL 水置于 300mL 锥形瓶中，从“加 3 滴溴酚蓝指示液……”开始与试样同时同样操作。

将滴定后的废液收集起来，按 GB/T 3051—2000 中附录 D 的规定处理。

A. 5.4 结果计算

氯化物含量以氯(Cl)的质量分数 w_2 计，数值以%表示，按公式 (A.3)计算：

$$w_2 = \frac{(V - V_0)cM}{m \times (200/500) \times (100/250) \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

V ——滴定试验溶液消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_0 ——滴定空白溶液消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

c ——硝酸汞标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

m ——A.4.3 称取的试料质量的数值，单位为克 (g)；

M ——氯(Cl)的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=35.45$)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.03 %。

A. 6 水不溶物的测定

A. 6.1 试剂和材料

硫酸铁铵溶液：50g/L。

A. 6.2 仪器和设备

A. 6.2.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径为 5 μm ~ 15 μm 。

A. 6.2.2 电热恒温干燥箱：能控制温度在 105 $^{\circ}\text{C}$ ~ 110 $^{\circ}\text{C}$ 。

A. 6.3 分析步骤

称取约 50g 试样，精确至 0.1g，置于 500mL 烧杯中，加 100mL ~ 150mL 水，加热搅拌至试样完全溶解，用已于 105 $^{\circ}\text{C}$ ~ 110 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚趁热过滤，用热水洗涤至用硫酸铁铵溶液检验，无蓝色出现为止。将玻璃砂坩埚连同不溶物一并移入电热恒温干燥箱中，在 105 $^{\circ}\text{C}$ ~ 110 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

A. 6.4 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_3 计，数值以%表示，按公式(A.4)计算：

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.4)$$

式中：

m_1 ——玻璃砂坩埚连同不溶物的质量的数值，单位为克 (g)；

m_2 ——玻璃砂坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.005%。

A.7 钠的测定

A.7.1 试剂和材料

A.7.1.1 钠标准溶液：1mL溶液含钠（Na）0.01mg。

配制：移取1.00mL按HG/T3696.2配制的钠标准溶液，置于100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A.7.1.2 二级水：符合GB/T 6682—2008的规定。

A.7.2 仪器和设备

原子吸收光谱仪（具有火焰发射工作方式）或火焰分光光度计。

A.7.3 分析步骤

称取约 0.5g 试样，精确至 0.001g，置于 100mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。分别移取 2.00mL 上述溶液置于 4 个 100mL 容量瓶中，再分别加入 0.00 mL、2.00 mL、4.00mL、8.00mL 钠标准溶液，加水至刻度，摇匀。用原子吸收光谱仪或火焰分光光度计以火焰发射工作方式，于 589.0nm 波长处，用空气-乙炔火焰测定各溶液的吸光度。

以钠标准溶液中钠的质量（mg）为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，绘制曲线，将曲线反向延长与横坐标相交，交点即为所测溶液中钠的质量。

A.7.4 结果计算

钠含量以钠（Na）的质量分数 w_4 计，数值以%表示，按公式（A.5）计算：

$$w_4 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times (2/100)} \times 100\% \dots\dots\dots (A.5)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得钠的质量的数值，单位为毫克（mg）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

A.8 砷的测定

称取 2.00 g ± 0.01g 试样，置于测砷装置的锥形瓶中，加约 40mL 水溶解，以下按 GB/T5009.76—2003 的第 11 章测定。

限量标准溶液的配制：移取 2.00mL 砷标准溶液 [1mL 溶液含有 1.0 μg 砷（As）]，与试样同时同样处理。

A.9 氰化物的试验

A.9.1 试剂和材料

A.9.1.1 氨水溶液：1+4。

A.9.1.2 硫酸铜溶液：1g/L；

将0.1g硫酸铜溶于100mL氨水中。

A. 9.2 分析步骤

将一条滤纸用硫酸铜溶液润湿，置于硫化氢气流中，滤纸呈黄褐色，在滤纸上滴 1 滴试验溶液 A (A.4.3) 不产生白色为合格。

A. 10 六氰合铁(III)酸盐的试验

A. 10.1 试剂和材料

A. 10.1.1 硝酸铅溶液：10g/L。

A. 10.1.2 联苯胺饱和乙酸溶液：联苯胺溶于(1+7)乙酸溶液中至饱和。

A. 10.2 分析步骤

将试验溶液A (A.4.3) 稀释10倍，滴1滴在滴试板上，加1滴硝酸铅溶液，再加几滴乙酸铅溶液，没有蓝色沉淀或蓝色出现为合格。
