



中华人民共和国国家标准

GB 22557—××××

食品安全国家标准

食品营养强化剂 乙二胺四乙酸铁钠

(征求意见稿)

20××-××-××发布

20××-××-××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

前 言

本标准代替GB 22557-2008《食品添加剂 乙二胺四乙酸铁钠》。

本标准与GB 22557-2008相比，主要变化如下：

- 修改了感官要求及其检验方法；
- 增加了游离铁、水分、氯化物、硫酸盐指标及其检验方法；
- 增加了铅、砷指标的检验方法；
- pH值的检验方法引用了相关国家标准。

食品安全国家标准

食品营养强化剂 乙二胺四乙酸铁钠

1 范围

本标准适用于以无机铁盐与乙二胺四乙酸钠盐为原料反应生成的食品营养强化剂乙二胺四乙酸铁钠。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

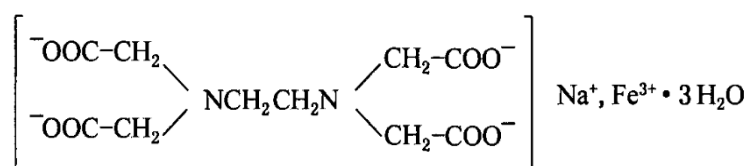
2.1 化学名称

乙二胺四乙酸铁钠

2.2 分子式

$C_{10}H_{12}FeN_2NaO_8 \cdot 3H_2O$

2.3 结构式



2.4 相对分子质量

421.09（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	浅黄色至黄褐色	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，并嗅其气味。
状态	粉末或结晶性粉末	
气味	无异味	

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
铁含量 (Fe), w / %	12.5~13.5	附录 A 中 A.4
乙二胺四乙酸含量[以 C ₁₀ H ₁₄ N ₂ O ₈ 计], w / %	65.5~70.5	附录 A 中 A.5
水分, w / %	≤ 13.5	GB 5009.3 第四法 ^a
游离铁(以 Fe ³⁺ 计), w / %	≤ 0.05	附录 A 中 A.6
pH 值 (10 g/L 水溶液)	3.5~5.5	GB/T 9724
水不溶物, w / %	0.1	GB/T 9738
氨基三乙酸, w / %	≤ 0.1	附录 A 中 A.7
氯化物 (以 Cl 计), w / %	≤ 0.06	附录 A 中 A.8
硫酸盐 (以 SO ₄ 计), w / %	≤ 0.06	附录 A 中 A.9
铅(Pb)/(mg / kg)	≤ 1.0	GB 5009.12 或 GB 5009.75
总砷(以 As 计)/(mg / kg)	≤ 1.0	GB 5009.11 或 GB 5009.76
^a 取样量为 0.1 g		

附录 A

检验方法

A.1 安全提示

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健康措施。如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。使用易燃品时，严禁使用明火加热。

A.2 一般规定

本标准除另有规定外，所用试剂的纯度应为分析纯，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.3 鉴别试验

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 硫氰酸铵溶液（8 g/L）：精确称取0.8 g硫氰酸铵，用水溶解并定容至100 mL。

A.3.1.2 盐酸溶液（10%）。

A.3.2 仪器和设备

A.3.2.1 天平：感量为0.0001 g

A.3.2.2 紫外-可见分光光度计（1cm石英比色皿）。

A.3.3 鉴别方法

A.3.3.1 显色反应：称取 0.05 g 试样，精确至 0.0001 mg，置于 10 mL 玻璃试管中，加入 5 mL 水溶解，加入硫氰酸铵溶液（A.3.1.1）1.0 mL，溶液颜色不应发生变化。再加入盐酸溶液（A.3.1.2）0.5 mL，混匀，溶液应呈深红色。

A.3.3.2 紫外吸收：称取 0.001 g 试样，精确至 0.0001 g，加水溶解并稀释至 50mL，此试样溶液浓度为 20 $\mu\text{g/mL}$ ，使用 100 nm~700 nm 扫描图谱测定，在 256 ± 2 nm 波长处应有最大吸收。

A.4 铁含量的测定

A.4.1 方法提要

乙二胺四乙酸铁钠在强酸性条件下，游离出的 Fe^{3+} 与过量碘化钾定量反应生成并析出 I_2 ，析出的 I_2 再用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。根据硫代硫酸钠标准滴定溶液的滴定消耗量计算试样中铁的含量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 碘化钾。

A.4.2.2 盐酸。

A.4.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1$ mol/L。

A.4.2.4 淀粉指示液（10 g/L）：精确称取 0.5 g 可溶性淀粉，加少量水调成糊状。边搅拌边倒入 50 mL 沸水，再煮沸搅匀后，放冷备用(现配现用)。

A.4.3 仪器和设备

天平：感量为 0.0001 g。

A.4.4 分析步骤

称取 0.5 g 试样，精确至 0.0001 g，用 40 mL 水将其溶解在碘量瓶中，加入 3 g 碘化钾（A.4.2.1）、20 mL 盐酸（A.4.2.2），摇匀，水封瓶塞，于暗处放置约 5 min，起塞并用少量水冲洗塞盖，用硫代硫酸钠标准滴定溶液（A.4.2.3）滴定至近终点（淡黄色），加 2.0 mL 淀粉指示液（A.4.2.4），继续滴定至蓝色消失为终点。

在测定样品的同时，用硫代硫酸钠标准滴定溶液对不加样品的空白溶液进行滴定。

A.4.5 结果计算

铁的质量分数 w_1 ，数值以%表示，按式（A.1）计算：

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_2) \times c_1 \times M_1}{m_1 \times 1000} \times 100 \dots \dots \dots \text{(A.1)}$$

式中：

V_1 ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液（A.4.2.3）体积，单位为毫升（mL）；

V_2 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液（A.4.2.3）体积，单位为毫升（mL）；

c_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

M_1 ——铁的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M_1=55.85$ ）；

m_1 ——试样的质量，单位为克（g）；

1000——换算因子。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，在重复性条件下两次平行测定结果的绝对差值应不超过算术平均值的2%。

A.5 乙二胺四乙酸含量的测定

A.5.1 方法提要

在三乙醇胺对 Fe^{3+} 进行掩蔽后，于pH 12.5~13.0碱性溶液中， Ca^{2+} 滴定乙二胺四乙酸铁钠，与其中乙二胺四乙酸形成稳定的络合物，过量的 Ca^{2+} 再与羟基萘酚蓝（hydroxynaphthol blue）指示剂结合成络合物，滴定终点为酒红色。通过 Ca^{2+} 滴定液的消耗量计算乙二胺四乙酸含量。

A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 一水合乙酸钙。

A.5.2.2 乙二胺四乙酸：基准试剂。

A.5.2.3 羟基萘酚蓝指示剂：按羟基萘酚蓝：氯化钠=1：100 进行混合研磨配制。

A.5.2.4 氢氧化钠溶液（500 g/L）：精确称取 50 g 氢氧化钠，加水溶解并定容至 100 mL。

A.5.2.5 三乙醇胺。

A.5.2.6 一水合乙酸钙滴定溶液（0.25 mol/L）：称取 44.0 g 一水合乙酸钙，精确至 0.0001 g，加水溶解后，移入 1000 mL 容量瓶中，定容至刻度。

A.5.3 仪器和设备

A.5.3.1 天平：感量为 0.0001 g

A.5.3.2 pH 计。

A.5.4 分析步骤

A.5.4.1 一水合乙酸钙标准滴定溶液的标定：称取 2.0 g~2.1 g 乙二胺四乙酸（A.5.2.2），精确至 0.0001 g，置于 250 mL 的锥形瓶中，加水 150 mL，再用氢氧化钠溶液（A.5.2.4）使其溶解并调 pH 值至 11.0~12.0，加入 30 mg 羟基萘酚蓝指示剂（A.5.2.3），用一水合乙酸钙标准滴定溶液（A.5.2.6）进行滴定，溶液由蓝色变至红色，即为终点。

A.5.4.2 滴定操作：称取 0.8~1.0 g 试样，精确至 0.0001 g，置于 250 mL 的锥形瓶中，加 75 mL 的蒸馏水溶解。用三乙醇胺（A.5.2.5）将溶液的 pH 值调至 9.0 络合掩蔽 Fe^{3+} 后，再用氢氧化钠溶液（A.5.2.4）将试样溶液调 pH 值至 12.5~13.0，溶液变无色、澄清。加入 30 mg 羟基萘酚蓝指示剂（A.5.2.3），用标定过的一水合乙酸钙溶液滴定，溶液由蓝色变为红色即为滴定终点。

在测定样品的同时，用一水合乙酸钙标准滴定溶液对不加样品的空白溶液进行滴定。

A.5.5 结果计算

一水合乙酸钙标准滴定溶液的摩尔浓度 c_2 ，数值以 mol/L 表示，按式（A.2）计算：

$$c_2 = \frac{m_2 \times 1000}{V_3 \times M_2} \dots\dots\dots \text{(A.2)}$$

式中：

m_2 ——乙二胺四乙酸质量，单位为克（g）；

V_3 ——标定用消耗一水合乙酸钙标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

M_2 ——乙二胺四乙酸的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M_2=292.24$ ）。

乙二胺四乙酸的质量分数 w_2 ，数值以%表示，按式（A.3）计算：

$$w_2 = \frac{(V_4 - V_5) \times c_2 \times M_2}{m_3 \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots \text{(A.3)}$$

式中：

V_4 ——试样消耗一水合乙酸钙标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

V_5 ——空白试验消耗一水合乙酸钙标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

c_2 ——一水合乙酸钙标准滴定溶液的摩尔浓度，单位为 mol/L；

M_2 ——乙二胺四乙酸的摩尔质量数，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M_2=292.24$ ）；

m_3 ——试样的质量，单位为克（g）；

1000——换算因子。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，在重复性条件下两次平行测定结果的绝对差值应不超过算术平均值的2%。

A.6 游离铁的测定

A.6.1 方法提要

乙二胺四乙酸铁钠试样中未螯合的 Fe^{3+} 与邻苯二酚-3,5-二磺酸钠反应，在670 nm波长测定其吸光度计算游离铁的含量，并做限量实验，进行比较。

A.6.2 试剂和材料

A.6.2.1 邻苯二酚-3,5-二磺酸钠。

A.6.2.2 铁标准溶液：按 GB/T 602 配制后，用水稀释至每 mL 相当于 0.025 mg 铁离子。

A.6.2.3 显色剂：精确称取 1.0 g 邻苯二酚-3,5-二磺酸钠，加 100 mL 水溶解。

A.6.3 仪器和设备

A.6.3.1 天平：感量为0.0001 g。

A.6.3.2 分光光度计。

A.6.4 分析步骤

称取0.2 g试样，精确至0.0001 g，加水溶解定容至20 mL。取3根试管，分别标记A、B、C，A管和B管中各加入5 mL试样溶液，C管中加入4 mL水和1 mL铁标准溶液。A管和C管中各加1 mL显色剂，B管中加入1 mL水，在670 nm波长下以B管溶液作参比，测定A管溶液的吸光度。用水作参比测定C管溶液吸光度（见表3）。

表3 试剂添加量

名称	A管	B管	C管
溶液	5 mL	5 mL	—
水	—	1 mL	4 mL
铁标准溶液	—	—	1 mL
显色剂	1 mL	—	1 mL

A.6.5 结果判定

A管试样溶液的吸光度不大于C管溶液的吸光度，即试样中的游离铁含量不超过0.05%。

A.7 氨基三乙酸的测定

A.7.1 方法提要

试样中的氨基三乙酸在碱性条件下，用硝酸铜溶液溶解定容，经高效液相色谱法分离，紫外检测器检测，通过试样加标溶液定性，并确定限量。

A.7.2 试剂和材料

A.7.2.1 甲醇：色谱纯。

A.7.2.2 四丁基氢氧化铵甲醇溶液（TBAOH）：25%（w/w）。

A.7.2.3 氨水（5%）：量取 0.5 mL 氨水，用水稀释至 10 mL。

A.7.2.4 硝酸铜溶液（10 g/L）：精确称取 10.0 g 硝酸铜，用水溶解并定容 1000 mL。

A.7.2.5 磷酸溶液（1 mol/L）：量取 6.25 mL 磷酸，用水稀释至 100 mL。

A.7.2.6 氨基三乙酸标准品：CAS 号：139-13-9。

A.7.2.7 氨基三乙酸标准储备溶液（10 mg/mL）：称取 100 mg 氨基三乙酸，精确至 0.0001 g，移入 10 mL 容量瓶，用水溶解并加入 0.5 mL 氨水，混合，用水定容至刻度，摇匀。

A.7.2.8 氨基三乙酸标准溶液 (10 mg/L)：称取 1 g 试样，精确至 0.0001 g，置于 100 mL 容量瓶。加入 100 μ L 标准储备溶液 (A.7.2.6)，用硝酸铜溶液 (A.7.2.4) 稀释至刻度，摇匀。超声波处理，得到标准溶液。

A.7.3 仪器和设备

A.7.3.1 天平：感量为 0.0001 g。

A.7.3.2 高效液相色谱仪：具有紫外检测器。

A.7.3.3 pH 计。

A.7.4 分析步骤

A.7.4.1 试样处理

称取 1 g 试样，精确至 0.0001 g，加入 100 μ L 氨水溶液 (A.7.2.3)，加硝酸铜溶液 (A.7.2.4) 50 mL，超声波处理，移入 100 mL 容量瓶中，最后用硝酸铜溶液 (A.7.2.4) 定容至刻度，摇匀，得到试样溶液。

A.7.4.2 色谱参考条件

预柱： C_8 色谱柱 (4.6 mm \times 10 mm, 5 μ m)。

流动相：量取 10 mL 的 25% 四丁基氢氧化铵甲醇溶液 (A.7.2.2) 于 200 mL 水中，然后用 1 mol/L 磷酸将 pH 调到 7.5 \pm 0.1。将溶液转移至 1000 mL 容量瓶，加 90 mL 甲醇，用水定容至刻度，摇匀，用 0.45 μ m 滤膜过滤，脱气后备用。

色谱柱： C_{18} 色谱柱 (4.6 mm \times 150 mm, 5 μ m)，或其他等效的色谱柱。

检测波长：244 nm。

进样量：20 μ L。

流速：2.0 mL/min。

A.7.4.3 试样分析

在 A.7.4.2 的参考色谱条件下，对标准溶液和试样溶液进行色谱分析，记录色谱图，计算氨基三乙酸的响应值。标准溶液重复测定三次取平均响应值，三次测定结果的相对标准偏差 \leq 2.0%，氨基三乙酸和乙二胺四乙酸铁钠之间的分辨率 \geq 4.0。氨基三乙酸的标准色谱图见附录 B。

A.7.5 结果判定

试样溶液中氨基三乙酸色谱峰的响应值不超过标准溶液和试样溶液所得氨基三乙酸色谱峰的响应值之差（即试样中氨基三乙酸含量 \leq 0.1%）。

检出限：使用本方法测定乙二胺四乙酸铁钠中氨基三乙酸的最低检出限为 20 mg/kg。

A.8 氯化物的测定(以 Cl 计)

A.8.1 方法提要

在酸性介质中，以银电极为测量电极，甘汞电极为参比电极，用硝酸银标准滴定溶液滴定，借助电位突变确定反应终点。

A.8.2 试剂

A.8.2.1 95% 乙醇。

A.8.2.2 硝酸钾饱和溶液

A.8.2.3 氢氧化钠溶液：200 g/L。

A.8.2.4 硝酸溶液：2+3。

A.8.2.5 硝酸银标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3)=0.1$ mol/L。

A.8.2.6 溴酚蓝指示液：0.1%乙醇溶液。

A.8.3 仪器与设备

A.8.3.1 天平：感量为 0.0001 g。

A.8.3.2 电位计：精度为 2mV/格。

A.8.3.3 参比电极：双液接型饱和甘汞电极，内充饱和氯化钾溶液。

A.8.3.4 测量电极：银电极。

A.8.4 分析步骤

称取 5 g 试样，精确至 0.0001 g，加水溶解，加 1 滴溴酚蓝指示液，用氢氧化钠溶液或硝酸溶液调节溶液颜色恰呈黄色，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释定容至刻度，摇匀。此为溶液 A。

准确移取上述溶液 A 20 mL，置于 50 mL 烧杯中，用硝酸银标准滴定溶液滴定，银参比电极测定确定滴定终点。

在测定样品的同时，用硝酸银标准滴定溶液对不加样品的空白溶液进行滴定。

A.8.5 结果计算

氯化物 (以 Cl 计) 的质量分数 w_3 ，数值以质量百分数表示，按式 (A.4) 计算：

$$w_3(\%) = \frac{(V_6 - V_7) \times c_3 \times 0.03545 \times 5}{m_4} \times 100 \dots \dots \dots (A.4)$$

式中：

c_3 ——硝酸银标准滴定溶液的浓度，mol/L；

V_6 ——滴定所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_7 ——空白滴定所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

m_4 ——试样质量的数值，单位为克(g)；

5——稀释倍数；

0.03545——与 1.00 mL 硝酸银标准滴定溶液相当的以克表示的氯化物(以 Cl 计)的质量。

A.9 硫酸盐的测定 (以 SO_4 计)

A.9.1 方法提要

在酸性介质中，试样中的硫酸根离子与钡离子生成硫酸钡沉淀，与同法处理的硫酸根标准溶液比较，作限量实验。

A.9.2 试剂

A.9.2.1 盐酸溶液：1+4。

A.9.2.2 氢氧化钠溶液：160 g/L。

A.9.2.3 氯化钡溶液：0.5 mol/L。

A.9.2.4 氯化锌溶液：1 mol/L。

A.9.2.5 硫酸盐标准溶液：2.113 mg/mL 无水硫酸钠，每 1 mL 相当于 1.430mg 硫酸盐。

A.9.2.6 溶液 A：取氯化钡溶液 5 mL，加入 55 mL 水和 20 mL 95% 乙醇溶液稀释，再加入 0.5 mL 硫酸盐标准溶液混匀 (现配现用)。

A.9.2.7 指示溶液：0.25% 对硝基苯酚溶液。

A.9.3 仪器与设备

天平：感量为 0.01 g。

A.9.4 分析步骤

称取 1.8 g 试样，精确至 0.01 g，加入 30 mL 水溶解，缓缓加入 4.5 mL 氢氧化钠溶液 (A.9.2.2)，搅拌 15 分钟后定容至 50 mL，过滤。取 20 mL 滤液作为试样溶液，置于 50mL 比色管中，加入指示溶液两滴 (A.9.2.7)，用盐酸溶液 (A.9.2.1) 滴定直至溶液由黄色变为无色。加入 2 mL 氯化锌溶液 (A.9.2.4)，盐酸或氢氧化钠溶液再次滴定至 pH 2.0。用水定容至 50 mL 后，加入 5.0 mL 溶液 A (A.9.2.6)，混匀。在黑色背景下，轴向观察，试样溶液所呈浊度与标准比浊溶液比较。

标准比浊溶液：量取 20 mL 水置于 50 mL 比色管中。与试样溶液同时同样处理至 pH 为 2.0，加入 300 μ L 硫酸盐标准溶液 (A.9.2.5)，定容至 50 mL 后，加入 5.0 mL 溶液 A (A.9.2.6)，混匀。

A.9.5 结果判定

试样溶液所呈浊度不得深于标准比浊浓度，即试样中的硫酸盐不大于 0.06%。

附录 B

氨基三乙酸的标准色谱参考图

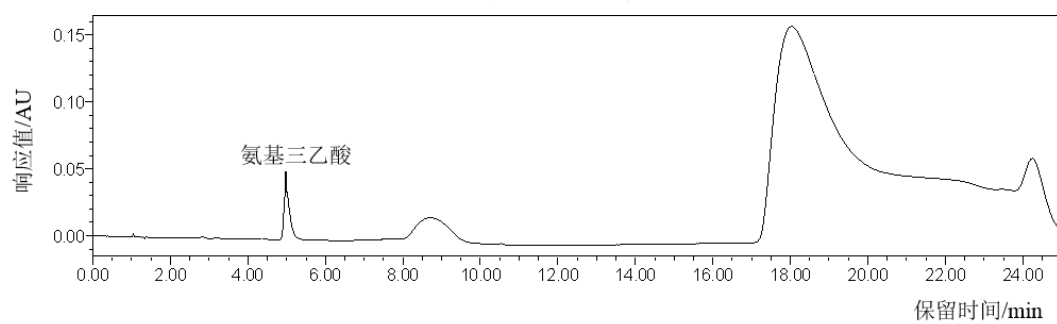


图 B.1 氨基三乙酸的标准色谱参考图