



# 中华人民共和国国家标准

GB 22557—2008

## 食品添加剂 乙二胺四乙酸铁钠

Food additive—Sodium iron(Ⅲ) ethylenediaminetetraacetate, trihydrate

2008-12-03 发布

2009-06-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本标准的 4.2 为强制性的,其余为推荐性的。

本标准与食品法典委员会(CODEX)《乙二胺四乙酸铁钠》(英文版)[JECFA 第 53 届(1999)]的一致性程度为非等效。

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由全国食品添加剂标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位:北京维他营养保健品公司。

本标准主要起草人:霍军生、于波、黄建、孙静。

# 食品添加剂 乙二胺四乙酸铁钠

## 1 范围

本标准规定了食品添加剂乙二胺四乙酸铁钠(NaFeEDTA)的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和保质期等。

本标准适用于以三价铁无机盐与乙二胺四乙酸钠盐为原料反应生成的食品添加剂乙二胺四乙酸铁钠,该产品作为铁营养强化剂使用。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 5009.12 食品中铅的测定

GB/T 5009.76 食品添加剂中砷的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

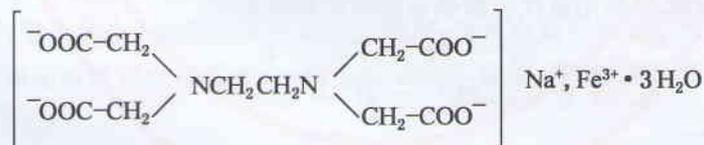
国家质量监督检验检疫总局第75号令 定量包装商品计量监督管理办法

## 3 产品化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

3.1 化学名称:乙二胺四乙酸铁钠。

3.2 分子式: $C_{10}H_{12}FeN_2NaO_8 \cdot 3H_2O$ 。

3.3 结构式:



3.4 相对分子质量:421.09(按2005年国际相对原子质量)。

## 4 技术要求

4.1 外观性状:浅黄色粉末,易溶于水。

4.2 食品添加剂乙二胺四乙酸铁钠应符合表1所示的技术要求。

表1 技术要求

项 目	指 标
铁(Fe)的质量分数/%	12.5~13.5
乙二胺四乙酸的质量分数/%	65.5~70.5
pH值(10 g/L溶液)	3.5~5.5

表 1 (续)

项 目	指 标
水不溶物的质量分数/%	≤ 0.1
氨基三乙酸的质量分数/%	≤ 0.1
铅(Pb)含量/(mg/kg)	≤ 1
砷(以As计)含量/(mg/kg)	≤ 1

## 5 试验方法

### 5.1 警示

试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和防护措施。

### 5.2 一般规定

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

试验方法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 和 GB/T 603 之规定制备。

### 5.3 鉴别试验

#### 5.3.1 试剂

5.3.1.1 硫氰酸铵溶液:8 g/L。

5.3.1.2 盐酸溶液(10%)。

#### 5.3.2 鉴别方法

5.3.2.1 显色反应:称取 50 mg 样品,精确至 0.1 mg,置入 10 mL 玻璃试管中,加入 5 mL 水溶解,加入硫氰酸铵溶液 1.0 mL,溶液颜色不应发生变化。再加入盐酸溶液 0.5 mL,混匀,溶液呈现深红色。

5.3.2.2 紫外吸收:称取样品,精确至 0.1 mg,加水配制成 20 μg/mL 的溶液,使用紫外分光光度计测定,在 256 nm±2 nm 波长处有最大吸收。

### 5.4 铁含量的测定

#### 5.4.1 原理

氧化还原滴定法中的碘量法。乙二胺四乙酸铁钠在强酸性条件下,游离出的 Fe<sup>3+</sup> 与过量碘化钾定量反应生成并析出 I<sub>2</sub>,析出的 I<sub>2</sub> 再用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。



#### 5.4.2 试剂

5.4.2.1 碘化钾。

5.4.2.2 盐酸。

5.4.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液:c(Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)=0.1 mol/L。

5.4.2.4 淀粉指示液:10 g/L。

#### 5.4.3 分析步骤

称取约 0.5 g 样品,精确至 0.000 2 g,用 40 mL 水将其溶解在碘量瓶中,加入 3 g±0.000 2 g 碘化钾、20 mL 盐酸,摇匀,水封瓶塞,在暗处放置约 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滴定至近终点,加入 2.0 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失为终点。

在测定的同时,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。

#### 5.4.4 结果计算

铁的质量分数 w<sub>1</sub>,数值以%表示,按式(1)计算:

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

式中:

- $V_1$ ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液(5.4.2.3)体积的数值,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(5.4.2.3)体积的数值,单位为毫升(mL);  
 $c_1$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);  
 $M_1$ ——铁的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M_1 = 55.85$ );  
 $m_1$ ——试样质量的数值,单位为克(g)。

#### 5.4.5 允许差

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不超过算术平均值的2%,取两次平行测定的算术平均值为测定结果。

### 5.5 乙二胺四乙酸含量的测定

#### 5.5.1 原理

络合滴定法。在三乙醇胺对  $Fe^{3+}$  进行掩蔽后,于 pH 12.5~13 碱性溶液中,  $Ca^{2+}$  滴定 NaFeEDTA,与其中 EDTA 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 EDTA 含量。

#### 5.5.2 试剂

5.5.2.1 一水合乙酸钙。

5.5.2.2 乙二胺四乙酸:基准试剂。

5.5.2.3 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。

5.5.2.4 氢氧化钠溶液:500 g/L。氢氧化钠 50 g,加水溶解并定容至 100 mL。

5.5.2.5 三乙醇胺。

#### 5.5.3 测定方法

5.5.3.1 0.25 mol/L 一水合乙酸钙滴定溶液的标定:称取 44.0 g 分析纯一水合乙酸钙,精确至 0.000 2 g,置入 1 L 容量瓶中,用水溶解并定容。称取 2.0 g~2.1 g 乙二胺四乙酸,精确 0.000 2 g,置入 250 mL 的锥形瓶中,加水 150 mL,再用氢氧化钠溶液使其溶解并调 pH 值至 11~12。加入 30 mg 羟基萘酚蓝指示剂,用一水合乙酸钙滴定溶液进行滴定,溶液由蓝色变至红色,即为终点。

一水合乙酸钙滴定溶液的摩尔浓度  $c_2$ ,数值以 mol/L 表示,按式(2)计算:

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

式中:

- $m_2$ ——乙二胺四乙酸质量的数值,单位为克(g);  
 $V_3$ ——标定用消耗一水合乙酸钙滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);  
 $M_2$ ——乙二胺四乙酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M_2 = 292.24$ )。

5.5.3.2 滴定操作:称取约 0.8 g~1.0 g 样品两份,精确至 0.000 2 g,置入 250 mL 的锥形瓶中,加 75 mL 的蒸馏水溶解。用三乙醇胺将溶液的 pH 值调至 9.0。再用氢氧化钠溶液将样品溶液调 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,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。

#### 5.5.4 计算

乙二胺四乙酸的质量分数为  $w_2$ ,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{V_4 \times c_2 \times M_2}{1\,000 \times m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

$V_4$ ——试样消耗一水合乙酸钙溶液滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

$m_3$ ——试样质量的数值,单位为克(g)。

### 5.5.5 允许差

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不超过算术平均值的2%,取两次平行测定的算术平均值为测定结果。

### 5.6 pH值

称取适量样品,配制成质量浓度为1+100的水溶液,在常温下用pH计测定。

### 5.7 水不溶物的测定

#### 5.7.1 测定方法

称取5g样品,精确至0.0002g,置入250mL烧杯中,加入100mL水搅拌使溶解。将定量滤纸放入直径为3.5cm~4.0cm的砂芯漏斗中,用去离子水减压抽滤使滤纸紧贴砂芯漏斗。在175℃烘箱中干燥15min后将其取出,放入干燥器内冷却至室温,精确称重记录,与减压过滤装置连接。将样品溶液缓慢倒入砂芯漏斗,全部样品溶液减压过滤后,再用去离子水洗涤3次,每次10mL以上。砂芯漏斗在110℃干燥1h后,放入干燥器内冷却至室温,称重,记录。计算水不溶物的质量分数。

#### 5.7.2 计算

水不溶物的质量分数 $\omega_3$ ,数值以%表示,按式(4)计算:

$$\omega_3 = \frac{(m_4 - m_5) \times 100}{m_6} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$m_4$ ——试样溶液过滤干燥后砂芯坩埚和滤纸的质量的数值,单位为克(g);

$m_5$ ——试验前过滤干燥后砂芯坩埚和滤纸的质量的数值,单位为克(g);

$m_6$ ——试样质量的数值,单位为克(g)。

### 5.8 氨基三乙酸含量的测定

氨基三乙酸英文缩写:NTA,分子式: $C_6H_9NO_6$ ,相对分子质量:191.14。

按附录A规定的方法进行检验。

### 5.9 铅含量的测定

按GB/T 5009.12规定的方法进行检验。

### 5.10 砷含量的测定

按GB/T 5009.76规定的方法进行检验。

## 6 检验规则

### 6.1 组批

由生产单位的质量检验部门按照其相应的规则确定产品的批号,经最后混合且有均一性质量的产品为一批。

### 6.2 抽样规则

在每批产品中随机抽取样品,每批按包装件数的3%抽取小样,每批不得少于三个包装,每个包装抽取样品不得少于100g,将抽取样品迅速混合均匀,分装入两个洁净、干燥的瓶中,瓶上粘贴标签,注明生产厂名称、产品名称、生产日期,批号、数量及取样日期,一瓶作检验,一瓶密封留存备查。

### 6.3 出厂检验

#### 6.3.1 出厂检验项目

包括感官要求、铁、EDTA、pH值、水不溶物。

### 6.3.2 出厂要求

每批产品必须经工厂检验部门按本标准规定的方法检验,经检验合格后方可出厂。

### 6.4 型式检验

第4章中规定的所有项目均为型式检验项目。型式检验每半年进行一次,或当出现下列情况之一时进行检验:

- 原料、工艺发生较大变化时;
- 长期停产后重新恢复生产时;
- 出厂检验结果与平常记录有较大差别时;
- 国家卫生或质量监督检验机构或用户提出要求时。

### 6.5 判定规则

对全部技术要求进行检验,检验结果中若有一项指标不符合本标准时,应加倍抽样,对不合格的项目进行复检,若复检结果仍有任何一项不符合标准要求,则判定该批次产品为不合格品。

在保质期内,供需双方对产品质量发生争议时,由双方协商或委托仲裁单位复检,按本标准规定的检验方法进行仲裁。

## 7 标志、包装、运输、贮存和保质期

### 7.1 标志

产品的包装容器上应有牢固明显的标志,内容包括:产品名称、生产厂名称、地址、卫生许可证号、生产许可证号、批号或生产日期、净含量、保质期等,并标有“食品添加剂”或“营养强化剂”字样。

### 7.2 包装

产品包装材料和容器应采用国家批准的、并符合相应的食品包装用卫生标准的材料,乙二胺四乙酸铁钠应贮存于密封避光容器中。包装净含量偏差应符合国家质量监督检验检疫总局第75号令。

### 7.3 运输

产品在运输过程中不得与有毒、有害及污染物质混合载运,避免雨淋日晒等。

### 7.4 贮存

产品应贮存在通风、清洁、干燥的地方,不得与有毒、有害及有腐蚀性物质混存。

### 7.5 保质期

产品自生产之日起,在符合上述储运条件、原包装完好的情况下,保质期应不低于24个月。

附录 A  
(规范性附录)  
氨基三乙酸的测定方法

A.1 试剂

本方法所用试剂凡未指定者,均为分析纯(AR),实验用水为超纯水(18.2 MΩ·cm)。

A.1.1 甲醇:色谱纯。

A.1.2 25%(质量浓度)四丁基氢氧化铵甲醇溶液(TBAOH)。

A.1.3 氢氧化铵空白溶液:0.5 mL 氢氧化铵用水稀释至 10 mL。

A.1.4 硝酸铜溶液(10 g/L):称取 10.0 g 硝酸铜,用水溶解并定容 1 000 mL。

A.1.5 1 mol/L 磷酸溶液:6.25 mL 磷酸用水稀释至 100 mL。

A.1.6 氨基三乙酸标准储备溶液:称取 100 mg 氨基三乙酸,精确至 0.000 2 g,移至 10 mL 容量瓶,加 0.5 mL 氢氧化铵,混合,用水稀释至刻度,摇匀。

A.1.7 氨基三乙酸标准溶液:称取 1.00 g 样品,精确至 0.000 2 g,移至 100 mL 容量瓶。加入 100 μL 标准储备溶液,用硝酸铜溶液稀释至刻度,摇匀。超声波处理,得到标准溶液。

A.2 设备与仪器

A.2.1 实验室常用设备。

A.2.2 高效液相色谱仪:具有紫外检测器。

A.2.3 酸度计。

A.3 分析步骤

A.3.1 试样处理

称取 1 g 样品,精确至 0.000 2 g,移入 100 mL 容量瓶中,加入 100 μL 氢氧化铵空白溶液,用硝酸铜溶液稀释至刻度,摇匀。超声波处理,得到实验溶液。

A.3.2 色谱参考条件

预柱:C<sub>8</sub> 5 μm,4.6 mm×10 mm。

流动相:加入 10 mL 的 25% 氢氧四丁铵甲醇溶液和 200 mL 水,然后用 1 mol/L 磷酸将 pH 调到 7.5±0.1。将溶液移至 1 000 mL 容量瓶,加 90 mL 甲醇用水稀释至刻度,摇匀,用 0.45 μm 或更小的孔隙度的薄膜过滤器过滤,脱气。

分析柱:C<sub>8</sub> 5 μm,4.6 mm×150 mm。

紫外检测器波长:244 nm。

进样量:20 μL。

流速:2.0 mL/min。

A.3.3 试样分析

分别注入相同体积的标准溶液(约 20 μL)和实验溶液,测试相应的最大峰。氨基三乙酸的保留时间在 3.5 min,乙二胺四乙酸铁钠在 11.9 min。实验用的所有溶液在进样分析前均用 0.45 μm 微孔滤膜过滤。在实验条件下,分别注入标准溶液和实验溶液进行测定。每个样品重复测定三次取平均值。

注入三份标准溶液记录峰值作为以后操作的指导,相对标准偏差不超过 2.0%,氨基三乙酸和乙二胺四乙酸铁钠之间的分辨率要大于 4.0。

## A.4 计算

氨基三乙酸的质量分数  $\omega$ , 数值以 % 表示, 按式(A.1)计算:

$$\omega = \frac{A_2 \times 100}{(A_1 - A_2) \times 1000} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

$A_2$ ——实验溶液氨基三乙酸铜色谱峰面积, 单位为万毫伏秒(万  $\text{mV} \cdot \text{s}$ );

$A_1$ ——标准溶液氨基三乙酸铜色谱峰平均面积, 单位为万毫伏秒(万  $\text{mV} \cdot \text{s}$ )。

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  $\text{mg}/\text{kg}$ 。

