

中华人民共和国国家标准

GB 1903.4—2015

食品安全国家标准

食品营养强化剂 氧化锌

2015-11-13 发布

2016-05-13 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

食品营养强化剂 氧化锌

1 范围

本标准适用于食品营养强化剂氧化锌。

2 分子式和相对分子质量

2.1 分子式

ZnO

2.2 相对分子质量

81.41(按 2007 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	白色至微黄色	取适量试样置于清洁、干燥的白磁盘中，在自然光线下观察其色泽和状态，并嗅其气味
状态	细微粉末	
气味	无臭	

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
碱度	通过试验	附录 A 中 A.4
碳酸盐与酸中不溶物	通过试验	附录 A 中 A.5
灼烧失重, w/%	≤ 1.0	附录 A 中 A.6
铁盐	通过试验	附录 A 中 A.7
铅盐	通过试验	附录 A 中 A.8
砷盐	通过试验	附录 A 中 A.9

附录 A

检验方法

A.1 一般规定

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、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 试样经加强热，即变成黄色；放冷，黄色即消失。
- A.2.2 在试样溶液中加入亚铁氰化钾溶液，即生成白色沉淀；分离，沉淀物在稀盐酸中不溶解。
- A.2.3 将试样制备成中性或碱性溶液，加入硫化钠溶液，即生成白色沉淀。

A.3 氧化锌含量的测定

A.3.1 试剂和材料

- A.3.1.1 盐酸溶液：9.5%～10.5%。取盐酸 8.4 mL，加水使稀释成 100 mL。
- A.3.1.2 氨-氯化铵缓冲液：pH 10.0。取氯化铵 5.4 g，加水 20 mL 溶解后，加浓氨溶液 35 mL，再加水稀释至 100 mL，即得。
- A.3.1.3 乙二胺四乙酸二钠标准滴定液： $c(\text{EDTA-2Na}) = 0.05 \text{ mol/L}$ 。取乙二胺四乙酸二钠 19 g，加适量的水使溶解成 1 000 mL，摇匀。
- A.3.1.4 氨试液：取浓氨溶液 400 mL，加水使成 1 000 mL，即得。
- A.3.1.5 铬黑 T 指示剂：取铬黑 T 0.1 g，加氯化钠 10 g，研磨均匀，即得。

A.3.2 分析步骤

精确称取试样 0.1 g，加盐酸溶液 2 mL 使溶解，加水 25 mL，加 0.025% 甲基红的乙醇溶液 1 滴，滴加氨试液至溶液显微黄色，加水 25 mL、氨-氯化铵缓冲液（pH 10.0）10 mL 与铬黑 T 指示剂少许，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液（0.05 mol/L）滴定至溶液由紫色转变为纯蓝色。1 mL 乙二胺四乙酸二钠滴定液（0.05 mol/L）相当于 4.069 mg 的 ZnO。

A.4 碱度的测定

A.4.1 试剂和材料

- A.4.1.1 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。取盐酸 9.0 mL，加水适量使成 1 000 mL，摇匀。
- A.4.1.2 酚酞指示液：取酚酞 1 g，加乙醇 100 mL 使溶解，即得。

A.4.2 分析步骤

称取试样 1.0 g，精确至 0.01 g，加新沸的热水 10 mL，振摇 5 min，放冷，过滤，滤液加酚酞指示液

2滴,如显粉红色,加盐酸标准滴定溶液(0.1 mol/L)0.10 mL,粉红色应消失。

A.5 碳酸盐与酸中不溶物的测定

A.5.1 试剂和材料

硫酸溶液:9.5%~10.5%。

A.5.2 分析步骤

称取试样2.0 g,精确至0.01 g,加水10 mL混合后,加硫酸溶液30 mL,置水浴上加热,不应发生气泡;搅拌后,溶液应澄清。

A.6 灼烧失重的测定

A.6.1 仪器和设备

高温炉。

A.6.2 分析步骤

称取试样1.0 g,精确至0.01 g,在800 °C±5 °C灼烧至质量恒定,减失重量不得超过1.0%。

A.7 铁盐的测定

A.7.1 试剂和材料

A.7.1.1 盐酸溶液:9.5%~10.5%。

A.7.1.2 过硫酸铵。

A.7.1.3 铁标准溶液:每1 mL相当于10 μg的Fe。

称取硫酸铁铵[FeNH₄(SO₄)₂·12H₂O]0.863 g,置1 000 mL容量瓶中,加水溶解后,加硫酸2.5 mL,用水稀释至刻度,摇匀,作为贮备液。

临用前,精确量取贮备液10 mL,置100 mL容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,即得。

A.7.1.4 硫氰酸铵溶液:30%。

A.7.2 仪器和设备

一般的实验室仪器和纳氏比色管。

A.7.3 分析步骤

A.7.3.1 试样溶液的制备

称取试样0.40 g,加稀盐酸8 mL、水15 mL与硝酸2滴,煮沸5 min使溶解,放冷,加水至50 mL,混匀后,取25 mL,加水10 mL。

A.7.3.2 测定

取试样加水溶解至25 mL,移置50 mL纳氏比色管中,加稀盐酸4 mL与过硫酸铵50 mg,用水稀释成35 mL后,加30%硫氰酸铵溶液3 mL,再加水稀释成50 mL,摇匀;如显色,立即与一定量标准铁

溶液制成的对照溶液(取该品种项下规定量的标准铁溶液,置 50 mL 纳氏比色管中,加水 25 mL,加稀盐酸 4 mL 与过硫酸铵 50 mg,用水稀释成 35 mL,加 30% 硫氰酸铵溶液 3 mL,再加水稀释成 50 mL,摇匀)比较,不得更深(0.005%)。

如供试管与对照管色调不一致时,可分别移至分液漏斗中,各加正丁醇 20 mL 提取,待分层后,将正丁醇层移置 50 mL 纳氏比色管中,再用正丁醇稀释至 25 mL,比较,不得更深(0.005%)。

A.8 铅盐的测定

A.8.1 试剂和材料

A.8.1.1 冰乙酸。

A.8.1.2 铬酸钾指示液。

A.8.2 分析步骤

称取试样 2.0 g,精确至 0.01 g,加水 20 mL 搅匀后,加冰乙酸 5 mL,置水浴上加热溶解后,放冷,过滤,滤液加铬酸钾指示液 5 滴,不得发生浑浊。

A.9 砷盐的测定

A.9.1 试剂和材料

A.9.1.1 盐酸。

A.9.1.2 锌粒:粒径 0.5 mm~1 mm。

A.9.1.3 碘化钾溶液。

A.9.1.4 氯化亚锡溶液。

A.9.1.5 砷标准溶液:每 1 mL 相当于 1 μg 的 As。

称取三氧化二砷 0.132 g,置 1 000 mL 容量瓶中,加 20% 氢氧化钠溶液 5 mL 溶解后,用适量的硫酸溶液中和,再加硫酸溶液 10 mL,用水稀释至刻度,摇匀,作为贮备液。

临用前,精密量取贮备液 10 mL,置 1 000 mL 量瓶中,加硫酸溶液 10 mL,用水稀释至刻度,摇匀,即得。

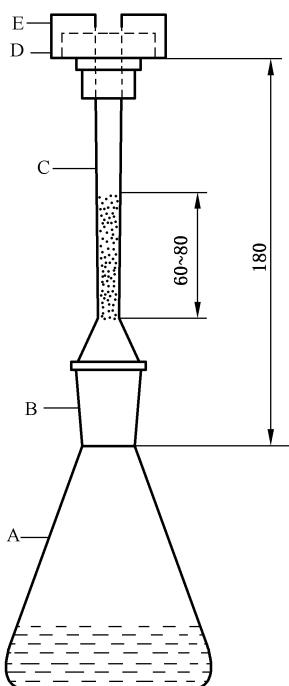
A.9.1.6 醋酸铅棉花。

A.9.1.7 溴化汞试纸。

A.9.2 仪器和设备

一般的实验室仪器和定砷器(见图 A.1)。

单位为毫米



说明：

- A —— 100 mL 标准磨口锥形瓶；
 B —— 中空的标准磨口塞；
 C —— 导气管(外径 8.0 mm, 内径 6.0 mm); 全长约 180 mm;
 D —— 具孔的有机玻璃旋塞；
 E —— 中央具有圆孔(孔径 6.0 mm)的有机玻璃旋塞盖。

图 A.1 定砷器

D 上部为圆形平面，中央有一圆孔，孔径与导气管 C 的内径一致，其下部孔径与导气管 C 的外径相适应，将导气管 C 的顶端套入旋塞下部孔内，并使管壁与旋塞的圆孔相吻合，黏合固定；E 与 D 紧密吻合。

A.9.3 分析步骤

A.9.3.1 试样

取本品 1.0 g, 加盐酸 5 mL 与水 23 mL 使溶解。

A.9.3.2 标准砷斑制备

精确量取标准砷溶液 2 mL, 置 A 瓶中, 加盐酸 5 mL 与水 21 mL, 再加碘化钾试液 5 mL 与酸性氯化亚锡试液 5 滴, 在室温放置 10 min 后, 加锌粒 2 g, 立即按图 A.1 将装好的导气管 C 密塞于 A 瓶上, 并将 A 瓶置 25 ℃~40 ℃水浴中, 反应 45 min, 取出溴化汞试纸, 即得。

A.9.3.3 测定

测试时,于导气管 C 中装入醋酸铅棉花 60 mg(装管高度为 60 mm~80 mm),再于旋塞 D 的顶端平面上放一片溴化汞试纸(试纸大小以能覆盖孔径而不露出平面外为宜),盖上旋塞盖 E 并旋紧,即得。

取试样 1.0 g,加盐酸 5 mL 与水 23 mL 使溶解,置 A 瓶中,按照标准砷斑的制备,自“再加碘化钾试液 5 mL”起操作。将生成的砷斑与标准砷斑比较,不得更深(0.000 2%)。
