

中华人民共和国国家标准

食品添加剂  
亚铁氰化钾

GB 1899—84  
代替 GB 1899—80

Food additive  
Potassium ferrocyanide

本标准适用于氰化物与硫酸亚铁、氯化钾等反应,或直接用亚铁氰化钠与氯化钾反应所制得的亚铁氰化钾。亚铁氰化钾用于食盐中作抗结剂。

分子式: $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$

分子量:422.38(按 1978 年国际原子量表)

## 1 技术要求

1.1 外观:浅黄色结晶颗粒或粉末。

1.2 食品级亚铁氰化钾各项技术指标应符合下列要求:

项 目	指 标
亚铁氰化钾 ( $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$ ), % $\geq$	98.5
氯化物(以 Cl 计), % $\leq$	0.40
水不溶物, % $\leq$	0.03
砷, % $\leq$	0.0001

## 2 试验方法

当未特别注明时,试验中所用试剂均为分析纯,所用水均为蒸馏水或相应纯度的水。溶液为水溶液。所用仪器为实验室常用仪器。

### 2.1 鉴别

#### 2.1.1 试剂和溶液

2.1.1.1 三氯化铁:5%溶液,按 GB 603—77《化学试剂 试剂及制品制备方法》配制后稀释一倍;

2.1.1.2 高氯酸(GB 623—77):1:10 溶液;

2.1.1.3 氢氧化钠(GB 629—81):10%溶液;

2.1.1.4 氨水(GB 631—77);

2.1.1.5 硫酸(GB 625—77):10%溶液。

#### 2.1.2 方法

##### 2.1.2.1 亚铁氰化物的鉴别

取 10ml 1% 的试样溶液,加 1ml 三氯化铁溶液(2.1.1.1),生成暗蓝色沉淀,过滤,滤液做下列试验。

取上述滤液中和至中性,浓缩至三分之一,加 2 滴高氯酸(2.1.1.2)溶液即发生白色沉淀,在氢氧化钠溶液或氨水中不溶,在硫酸溶液中能溶解。

##### 2.1.2.2 钾的鉴别

取一铂丝用盐酸湿润后,在无火焰中燃至无色,蘸取试样,在无火焰中燃烧,火焰呈紫色,但有少量钠盐存在时需隔蓝色玻璃透视。

## 2.2 亚铁氰化钾 (K<sub>4</sub>Fe(CN)<sub>6</sub> · 3H<sub>2</sub>O) 的测定

### 2.2.1 试剂和溶液

2.2.1.1 硫酸(GB 625—77):2+3 溶液;

2.2.1.2 盐酸(GB 625—77):1+1 溶液;

2.2.1.3 硫酸钾(HG 3—920—76):饱和溶液;

2.2.1.4 氨水(GB 631—77):10%溶液,按 GB 603—77 配制;

2.2.1.5 氯化铵(GB 658—77);

2.2.1.6 氨-氯化铵缓冲溶液(pH≈10):称取 54g 氯化铵(2.2.1.5),溶于 200ml 水中,加 350ml 氨水溶液(2.2.1.4),用水稀释至 100ml;

2.2.1.7 铬黑 T(HGB 3086—59):0.5%溶液,称取 0.50g 铬黑 T 和 2g 盐酸羟胺溶于乙醇中,用乙醇稀释至 100ml;

2.2.1.8 铁氰化钾(GB 644—77):1%溶液,贮于棕色瓶中,用时现配;

2.2.1.9 二苯胺(GB 681—78):1%溶液,将 1g 二苯胺溶于 100ml 浓硫酸中;

2.2.1.10 氧化锌(容量基准试剂)(GB 1260—77);

2.2.1.11 乙二胺四乙酸二钠:0.05M 标准溶液,按 GB 601—77 《化学试剂 标准溶液制备方法》配制;

2.2.1.12 锌:(粒状)。

2.2.1.13 锌标准溶液

2.2.1.13.1 配制:称取 5g 锌粒(2.2.1.12)置于烧杯中,加入 50ml 盐酸(2.2.1.2),使锌慢慢溶解。如有不溶物可稍加热。至完全溶解,冷却至室温。移入 1000ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

2.2.1.13.2 标定:准确移取 25ml 锌标准溶液(2.2.1.13),置于 300ml 锥形瓶中,加 75 ml 水,用氨水(2.2.1.4)中和至 pH7~8,加 10ml 氨-氯化铵缓冲溶液(2.2.1.6)加 5 滴铬黑 T 溶液(2.2.1.7),用 0.05M 乙二胺四乙酸二钠标准溶液(2.2.1.11)滴定至溶液由紫色变为纯蓝色。

同时做空白试验。

2.2.1.13.3 计算:锌标准溶液的摩尔浓度(M)按式(1)计算。

$$M = \frac{0.05(V-V_0)}{25} = 0.002(V-V_0) \dots \dots \dots (1)$$

式中: V——滴定所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积,ml;

V<sub>0</sub>——空白试验所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积,ml;

0.05——乙二胺四乙酸二钠摩尔浓度。

### 2.2.2 试验步骤

称取约 10g 试样,称准至 0.0002g,置于 500ml 容量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,摇匀。移取 25ml 溶液,置于 400ml 烧杯中,加硫酸(2.2.1.1)和硫酸钾饱和溶液(2.2.1.3)各 5ml。加水使溶液的体积为 200ml。在剧烈搅拌下,用锌标准溶液(2.2.1.13)缓慢滴定。在接近终点时,加 2 滴二苯胺溶液(2.2.1.9)、6 滴铁氰化钾溶液(2.2.1.8),继续滴定至呈现浅灰—紫色为终点。沉淀上方溶液应为紫色。

### 2.2.3 结果的表示和计算

2.2.3.1 亚铁氰化钾百分含量(X<sub>1</sub>)按式(2)计算:

$$X = \frac{\frac{2}{3} M \times V \times 0.4224 \times 100}{\frac{25}{500} \times m} = 563.2 \times \frac{M \times V}{m} \dots \dots \dots (2)$$

式中： M——锌标准溶液的摩尔浓度；  
 V——滴定所消耗的锌标准溶液的体积,ml；  
 m——试样的质量,g；

0.4224——每毫克当量亚铁氰化钾的克数。

2.2.3.2 平行试验两结果之差不大于 0.3%。

### 2.3 氯化物的测定

#### 2.3.1 试剂和溶液

2.3.1.1 硝酸 (GB 626—78):1+1 溶液；

2.3.1.2 硝酸 (GB 626—78):1N 溶液,量取 63ml 硝酸,用水稀释至 1000ml；

2.3.1.3 95%乙醇 (GB 679—80)；

2.3.1.4 溴酚蓝(HG 3—1224—79):0.1%乙醇溶液；

2.3.1.5 二苯偶氮碳酰肼:0.5%乙醇溶液；

2.3.1.6 氯化钠(基准试剂):0.0500N 标准溶液；

预先将氯化钠于 500~600℃下烧至恒重。准确称取 2.922g,称准至 0.001g 置于烧杯中,加少量水溶解,将溶液全部移入 1000ml 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。

2.3.1.7 硝酸锌(GB 667—78):15%溶液；

2.3.1.8 硝酸汞 (HG(NO3)2 · H2O): 0.05N 标准溶液。

2.3.1.8.1 配制:称取 8.57g 硝酸汞(2.3.1.8),置于 250ml 烧杯中,加 7ml 硝酸溶液(2.3.1.1),加少量水溶解,必要时过滤,移入 1000ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

2.3.1.8.2 标定:准确移取 25ml 氯化钠标准溶液(2.3.1.6),置于 300ml 锥形瓶中,加 100ml 水和 2~3 滴溴酚蓝溶液(2.3.1.4),滴加硝酸溶液(2.3.1.2)至溶液由蓝变黄,再过量 4~6 滴,加 1ml 二苯偶氮碳酰肼溶液(2.3.1.5),用硝酸汞标准溶液(2.3.1.8)滴定至溶液由黄变为紫红色。同时做空白试验。

将滴定后的含汞废液保留起来。按附录 A 规定处理。

2.3.1.8.3 计算:硝酸汞标准溶液的当量浓度(N)按式(3)计算。

$$N = \frac{0.0500 \times 25}{V - V_0} = \dots \dots \dots (3)$$

式中： V——滴定所消耗的硝酸汞标准溶液的体积,ml；  
 V<sub>0</sub>——空白滴定所消耗的硝酸汞标准溶液的体积,ml。

#### 2.3.2 仪器设备

微量滴定管:分度值为 0.01 或 0.02ml。

### 2.3.2 试验步骤

称取约 5g 试样(称准至 0.0002g),置于 400ml 烧杯中,加 100ml 水使之溶解,加入 100ml 硝酸锌溶液(2.3.1.7),搅拌并全部移入 500ml 容量瓶中,加水至刻度,摇匀,放置分层,用慢速滤纸干过滤,弃去初始滤液。移取滤液 100ml,置于 300ml 锥形瓶中,加入 3 滴溴酚蓝溶液(2.3.1.4)滴加硝酸溶液(2.3.1.2)至溶液由蓝变黄,再过量 4~6 滴,(pH 为 2.5~3.5)。加 1ml 二苯偶氮碳酰肼溶液(2.3.1.5),用 0.05N 硝酸汞标准溶液(2.3.1.8)滴定至溶液由黄变为紫红。同时做空白试验。

### 2.3.4 结果的表示和计算

2.3.4.1 氯化物(以 Cl 计)百分含量(X2)按式(4)计算:

$$X2 = \frac{(V-V_0) \times N \times 0.03545}{m} \times 100 \dots\dots\dots(4)$$

式中: N——硝酸汞标准溶液的当量浓度;  
V——滴定所消耗的硝酸汞标准溶液的体积,ml;  
V<sub>0</sub>——空白滴定所消耗的硝酸汞标准溶液的体积,ml;  
m——被滴定试样的质量,g;  
0.03545——每毫克当量氯的克数。

2.3.4.2 平行试验两结果之差不大于 0.03%。

## 2.4 水不溶物的测定

### 2.4.1 试剂和溶液

硫酸铁铵(GB 1279—77):5%溶液。

### 2.4.2 试验步骤

称取 50g 试样,称准至 0.1g。置于 500ml 烧杯中。加 100~150ml 水,加热搅拌至试样完全溶解。用已恒重的 G4 玻璃坩埚趁热过滤,用热水洗涤至用硫酸铁铵溶液检查时无蓝色出现为止。将坩埚放入恒温烘箱内,于 105~110℃ 下烘至恒重。

### 2.4.3 结果的表示和计算

2.4.3.1 水不溶物的百分含量(X3)(5)计算:

$$X3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots(5)$$

式中: m<sub>1</sub>——玻璃坩埚的质量,g;  
m<sub>2</sub>——水不溶物与玻璃坩埚的质量,g;  
m——试样质量,g。

2.4.3.2 平行试验两结果之差不大于 0.02%。

## 2.5 砷的测定

2.5.1 仪器装置:按《中华人民共和国药典》1977 年版“砷盐检查法”仪器装置。

### 2.5.2 试剂和溶液

2.5.2.1 盐酸(GB 622—77);

2.5.2.2 碘化钾(GB 1272—77):15%溶液;

2.5.2.3 氯化亚锡(GB 638—78):40%溶液,按 GB 603—77 配制;

2.5.2.4 无砷金属锌(GB 2304—80);

2.5.2.5 乙酸铅棉花:按 GB 603—77 制备;

2.5.2.6 溴化汞试纸:按 GB 603—77 制备;

2.5.2.7 砷标准溶液(1ml 含 0.001mg As):按 GB 602—77《化学试剂 杂质标准溶液制备方法》制备后稀释 100 倍。

### 2.5.3 试验步骤

称取 2g 试样(称准至 0.01g),小心移入锥形瓶中,加 23ml 水溶解,加 5ml 盐酸,5ml 碘化钾溶液及 5 滴氯化亚锡溶液,摇匀后放置 10min。加 2g 无砷金属锌,立即将已装好乙酸铅棉花及溴化汞试纸的玻璃管装上,于 25~40℃暗处放置 1h,溴化汞试纸所呈颜色不得深于标准。

标准是取 2ml 砷标准溶液与样品同时同样处理。

## 3 检验规则

3.1 食品添加剂亚铁氰化钾应由生产厂的技术检验部门进行检验,生产厂应保证所有出厂的食品添加剂亚铁氰化钾均符合本标准的要求,每批出厂的食品级亚铁氰化钾都应附有一定格式的质量证明书。

3.2 每批产品的重量不得超过生产厂每班的产量。

3.3 取样方法:从每批总袋数的 10%中取试样,小批者不得少于 3 袋,取样时,用取样工具伸入每袋的 3/4 处,所取试样不少于 100g。

3.4 将选取的试样研细混匀,以四分法取平均试样 500g,装入清洁、干燥带磨口塞玻璃瓶中,瓶上粘贴标签,注明:生产厂名称、产品名称、批号及取样日期和地点。

3.5 使用单位有权按照本标准规定对所收到的产品的质量进行检验,检验其指标是否符合本标准的要求。

3.6 如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的取样袋取样检验,重新检验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品不能验收。

3.7 当供需双方对产品质量发生异议时,按《中华人民共和国食品卫生法(试行)》规定处理。

## 4 标志、包装、运输和贮存

4.1 包装容器应涂刷牢固的标志,其内容包括:食品添加剂亚铁氰化钾、生产厂名称、生产日期、批号、净重。

4.2 本品应用内衬一层牛皮纸袋,一层食品级塑料袋,外用塑料编织袋包装,每袋净重 50kg。

4.3 每个包装好的成品袋内附有质量证明书,证明书内容包括:生产厂名称、产品名称、批号、生产日期、净重、产品质量符合本标准要求时的合格证和本标准编号。

4.4 在运输和贮存过程中应防止雨淋受潮,避免日光曝晒。不可与酸类、碱类、铁盐及食用物品混贮、混运。

### 附录 A 处理废液的方法 (补充件)

为了防止含汞废液的污染,建议将汞量法测定氯化物后所得的废液进行处理。

## A1 原理

在碱性介质中,用过量的硫化钠沉淀汞,用过氧化氢氧化过量的硫化钠,防止汞以多硫化物的形式溶解。

## A2 试验步骤

将废液收集于约 50L 的容器中,当废液约 40L 时依次加入 400ml40%氢氧化钠溶液,1000 硫化钠( $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ),摇匀,10min 后缓慢加入 400ml30%过氧化氢溶液,充分混合,放置 24h 后将上部清液排入水中,沉淀物输入另一容器中,由专人进行汞的回收。

上述操作中均使用工业产品

---

### 附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部、中华人民共和国卫生部提出,由化学工业部天津化工研究院和卫生部食品卫生监督检验所归口。

本标准由化学工业部天津化工研究院、长春化工五厂和广东省食品卫生监督检验所负责起草。

本标准主要起草人傅珍、刘忠臣、戴滢。