



中华人民共和国国家标准

GB ××××—20××

食品安全国家标准 食品营养强化剂 氯化锰

(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

食品安全国家标准

食品营养强化剂 氯化锰

1 范围

本标准适用于以电解锰或碳酸锰为原料，与盐酸反应后经纯化制得食品营养强化剂氯化锰。

2 化学名称、分子式、相对分子质量

2.1 化学名称

四水合氯化锰

2.2 分子式

$\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

2.3 相对分子质量

197.90(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	粉红色至玫瑰红色	取适量试样均匀置于清洁、干燥的白瓷盘或透明烧杯中，在自然光下观察其色泽和状态。
状态	半透明不规则晶体	

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
氯化锰 (MnCl_2) 含量 (以干基计), w/%	98.0~102.0	附录 A 中 A.3
干燥减量, w/%	36.0~38.5	附录 A 中 A.4
水不溶物, w/%	≤ 0.005	附录 A 中 A.5
pH (50 mg/mL)	4.0~6.0	GB/T 9724
硫酸盐 (以 SO_4 计), w/%	≤ 0.005	附录 A 中 A.6
硫化铵不沉淀物, w/%	≤ 0.2	附录 A 中 A.7

铁 (Fe) / (mg/kg)	≤	5	附录 A 中 A.8
铅 (Pb) / (mg/kg)	≤	4.0	GB 5009.12 或 GB5009.75
锌 (Zn)		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未注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682规定的三级水。试验中所用标准溶液、杂质测定用标准溶液、制剂和制品在未注明其他要求时，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 试剂和材料

A.2.1.1 硫化铵溶液（质量分数大于8 %）。

A.2.1.2 乙酸。

A.2.1.3 硝酸。

A.2.1.4 硝酸银溶液（10 g/L）：称取1.00g硝酸银，加水溶解并定容至100mL。

A.2.1.5 氨水溶液（约6 mol/L）：量取40mL浓氨水，加水稀释至100mL。

A.2.2 分析方法

A.2.2.1 锰离子鉴别

称取约0.5 g试样，加10 mL水溶解，加入硫化铵溶液（A.2.1.1），产生浅橙色沉淀，此沉淀应溶于乙酸（A.2.1.2）。

A.2.2.2 氯离子鉴别

称取约0.5 g试样，加10 mL水溶解，加硝酸银溶液（A.2.1.4）即产生白色沉淀，此沉淀应不溶于硝酸（A.2.1.3），溶于过量的氨水溶液（A.2.1.5）中。

A.3 氯化锰含量（以干基计）的测定

A.3.1 方法提要

在 pH 值为 10 的氨-氯化铵缓冲溶液中，以铬黑 T 为指示剂，用乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准溶液滴定，根据乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的用量，计算氯化锰的含量。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 盐酸羟胺溶液：1→10（V→V）。

A.3.2.2 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液： $c(\text{EDTA})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.3.2.3 氨水-氯化铵缓冲液甲液。

A.3.2.4 铬黑T指示液体：5 g/L。

A.3.2.5 电子天平，精度为0.0001 g。

A.3.3 分析步骤

称取4 g试样（精确至0.0001 g），加水溶解并定容至250 mL。量取25 mL溶液，加入10 mL盐酸羟胺溶

液 (A.3.2.1)、10 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 (A.3.2.2)、25 mL 氨水-氯化铵缓冲液 (A.3.2.3)、5 滴铬黑T指示剂 (A.3.2.4), 混匀, 用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 (A.3.2.2) 滴定至蓝色, 即为终点。

同时同样做空白试验, 空白试样溶液除不加试样外, 其他加入试剂的种类和量 (标准滴定溶液除外) 与试样溶液相同。

A. 3. 4 结果计算

氯化锰含量以氯化锰 (MnCl_2) 的质量百分数 w_1 计, 数值以%表示, 按公式 (A.1) 计算:

$$w_1 = \frac{(V-V_0) \times c \times M}{1000 \times m \times (1-w) \times \frac{25}{250}} \times 100\% \dots \dots \dots (A.1)$$

式中:

V ——滴定试验溶液消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积, 单位为毫升 (mL);

V_0 ——滴定空白试样溶液消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积, 单位为毫升 (mL);

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

M ——氯化锰 (MnCl_2) 的摩尔质量值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=125.84$)。

m ——试样质量, 单位为克 (g);

w ——试样的干燥减量, 单位为%;

25/250——250 mL 中取 50 mL 测定的换算。

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0.2%。

A. 4 干燥减量的测定

A. 4. 1 仪器和设备

A. 4. 1. 1 电热恒温干燥箱。

A. 4. 1. 2 称量皿。

A. 4. 1. 3 电子天平, 精度为0.0001 g。

A. 4. 2 分析方法

称取2 g粉碎试样, 精确至0.0001 g, 置于在150 °C±2 °C下干燥至质量恒定的称量皿中, 于50 °C±2 °C下干燥2 h后, 将温度升至150 °C±2 °C, 继续干燥24 h。取出置于干燥器中冷却至室温, 称量。

A. 4. 3 结果计算

干燥减量以质量百分数 w_2 计, 数值以%表示, 按公式 (A.2) 计算:

$$w_2 = \left(1 - \frac{m_1 - m_0}{m}\right) \times 100\% \dots \dots \dots (A.2)$$

式中:

m_1 ——干燥后试样及称量皿质量的数值, 单位为克 (g);

m_0 ——称量皿质量的数值, 单位为克 (g);

m ——试样质量的数值, 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0.2%。

A. 5 水不溶物含量的测定

A. 5. 1 方法提要

称取一定量的试样溶于水，经过滤后，残渣在一定的温度条件下烘干至恒重，称量后，计算水不溶物含量。

A. 5.2 仪器和设备

A. 5.2.1 玻璃砂芯坩埚：G4。

A. 5.2.2 电热恒温干燥箱。

A. 5.2.3 电子天平，精度为0.0001 g。

A. 5.3 分析步骤

称取20 g试样（精确至0.0001 g），溶于200 mL水中。蒸气浴加热1 h后，趁热用经105℃±2℃干燥1 h的玻璃砂芯坩埚过滤，并用热水洗涤坩埚2次。将坩埚置于105℃±2℃干燥箱中干燥1 h，冷却后称重。

A. 5.4 结果计算

水不溶物含量以质量百分数 w_3 计，数值以%表示，按式（A.3）计算：

$$w_3 = \frac{m_1}{m} \times 100\% \dots\dots\dots(A.3)$$

式中：

m_1 ——干燥后不溶物的质量，单位为克（g）；

m ——试样的质量，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于其算术平均值的7.5%。

A. 6 硫酸盐含量的测定

A. 6.1 方法提要

试样经处理后，在酸性介质中加入氯化钡，硫酸根离子与钡离子生成难溶的硫酸钡。当硫酸根离子含量较低时，在一定时间内硫酸钡呈悬浮体，使溶液呈混浊，以目视比色法与同样处理的标准溶液进行比对。

A. 6.2 试剂和材料

A. 6.2.1 盐酸溶液：1+3（V+V）。

A. 6.2.2 氯化钡溶液：100 g/L。

A. 6.2.3 硫酸盐（SO₄）标准溶液：0.1 mg/mL。

A. 6.2.4 50 mL比色管。

A. 6.3 分析步骤

称取1 g试样（精确至0.01 g），置于50 mL烧杯中，加水溶解，如出现浑浊，则用慢速滤纸过滤。溶液转移至50 mL比色管中，加入1 mL盐酸溶液（A.6.2.1），在30℃~35℃条件下保温10 min，加3 mL氯化钡溶液（A.6.2.2），用水稀释至刻度，混匀。放置30 min后，所呈浊度不深于标准比浊溶液，即为含量≤0.005%。

标准比浊溶液的配制：量取0.50 mL硫酸盐标准溶液（A.6.2.3），与试样溶液的测定同时同样处理。

A. 7 硫化铵不沉淀物的测定

A. 7.1 方法提要

试样经硫化铵沉淀后过滤，不能被硫化铵沉淀的物质，经灼烧后称重，计算其含量。

A.7.2 试剂和材料

- A.7.2.1 硫酸。
- A.7.2.2 硫化铵溶液（质量分数大于8%）。
- A.7.2.3 慢速滤纸。
- A.7.2.4 马弗炉。
- A.7.2.5 电子天平（感量为0.0001 g）。
- A.7.2.6 离心机。

A.7.3 测定方法

称取1 g试样（精确至0.0001 g），置于200 mL烧杯中，加入30 mL水溶解，加入10 mL硫化铵溶液（A.7.2.2），于80℃振荡水浴加热30 min，加水至50 mL，混匀，以8000 r/min离心10 min。取全部上清液用慢速滤纸过滤，将滤液置于800℃±25℃灼烧至恒重的坩埚中，于沸水浴中蒸发至干。加入少量硫酸（A.7.2.1）溶解残渣，在电炉上微微加热，干燥酸液，在800℃±25℃灼烧至恒重，冷却后称重。同时做空白试验，除不加样品外，做同样处理。

A.7.4 结果计算

硫化铵不沉淀物质含量以质量百分数 w_4 计，数值以%表示，按式（A.4）计算：

$$w_4 = \frac{m_2 - m_1 - m_0}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(A.4)$$

式中：

- m_2 ——灼烧后坩埚和残渣的质量，单位为克（g）；
- m_1 ——恒重后坩埚的质量，单位为克（g）；
- M_0 ——试剂空白残渣的质量，单位为克（g）；
- m ——试样的质量，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定的绝对差值不大于0.02%。

A.8 铁含量的测定

A.8.1 试剂和材料

- A.8.1.1 硫酸溶液：20%（V→V）。
- A.8.1.2 硝酸。
- A.8.1.3 铁标准溶液：0.010 mg/mL，按照GB/T 602规定的方法配制，并进行稀释后得到。
- A.8.1.4 异戊醇。
- A.8.1.5 硫氰酸铵溶液（100 g/L）：称取10 g硫氰酸铵，加水溶解并定容至100 mL。

A.8.2 分析步骤

称取2 g样品（精确至0.01 g），加少量水溶解，加入5 mL硝酸（A.8.1.2），煮沸近干。冷却，用水转移至100 mL比色管，作为样品管。加入10 mL硫氰酸铵溶液（A.8.1.5）、0.5 mL硝酸（A.8.1.2）、0.5 mL硫酸溶液（A.8.1.1），用水稀释至50 mL，加入10 mL异戊醇（A.8.1.4），振摇1 min，静置分层。若试样管有机层出现颜色，其颜色不深于标准比色溶液，即为铁含量≤5 mg/kg。

标准比色溶液的配制：量取1.0 mL铁标准溶液（A.8.1.3），置于100 mL比色管中，与试样溶液同时同样处理。

A.9 锌的测定

A.9.1 试剂和材料

A.9.1.1 硫酸溶液：48+2（V+V）。

A.9.1.2 亚铁氰化钾溶液（10 g/L）：称取1.0 g亚铁氰化钾，加水溶解并定容至100 mL。

A.9.2 分析步骤

称取1 g样品（精确至0.01 g），加入50 mL硫酸溶液（A.9.1.1）溶解，然后缓缓加入1 mL亚铁氰化钾溶液（A.9.1.2），并不停搅拌。5 min内不出现浑浊现象为通过试验。
