

《食品安全国家标准 食品营养强化剂 碳酸锰》

（征求意见稿）编制说明

一、标准起草的基本情况

本标准于 2017 年立项（项目编号 spaq-2017-037），项目承担单位为广州海关技术中心（原广东检验检疫技术中心），2018 年 01 月 08 日正式启动，2018 年 1 月至 4 月开展市场及产业情况调研，以及国内外技术指标情况的选择设定；2018 年 5 月至 9 月，完成相关实验工作，2018 年 10 月形成草案，2018 年 11 月 01 日至 12 月 10 日进行行业内征求意见，2019 年 7 月 23 日形成《食品安全国家标准 食品营养强化剂 碳酸锰》草稿。2019 年 10 月 29 日经第二届食品安全国家标准审评委员会营养与特殊膳食专业委员会第一次会议审查通过。

二、标准的主要技术内容

通过对相关国内外标准的对比分析（见表 1），标准规定了产品的感官要求和理化指标（涉及碳酸锰含量（以 $MnCO_3$ 计）、氯化物（以 Cl 计）、硫酸盐（以 SO_4 计）、总砷（以 As 计）和铅（Pb）），同时提供了附录检测方法（见表.2）。

2.1 项目指标的确定：

本次标准制定参考市场上企业产品实际情况，结合《Q/ZKH 08-2013 饲料碳酸锰》、《HG/T 4203-2011 工业碳酸锰》、《HG/T2836-2011 软磁铁氧体用碳酸锰》、《GB 1903.7-2015 食品安全国家标准 食品营养强化剂 葡萄糖酸锰》以及一些锰盐添加剂国家标准确定最终产品的项目指标。

2.2 指标参数设定：

2.2.1 碳酸锰含量：

参考市场上流通的产品实际检测数据，结合《Q/ZKH 08-2013 饲料碳酸锰》、《HG/T 4203-2011 工业碳酸锰》和《HG/T 2836-2011 软磁铁氧体用碳酸锰》对不同级别产品的相应要求，设定“碳酸锰含量（以 $MnCO_3$ 计） $\geq 90.0\%$ ”。

2.2.2 氯化物（以 Cl 计）和硫酸盐（以 SO_4 计）：

参考市场上产品实际检测数据，结合《Q/ZKH 08-2013 饲料碳酸锰》、《HG/T 4203-2011 工业碳酸锰》和《HG/T2836-2011 软磁铁氧体用碳酸锰》对不同级别产品的相应要求，设定“氯化物（以 Cl 计） $\leq 0.01\%$ ”以及“硫酸盐（以 SO_4 计） $\leq 0.5\%$ ”。

2.2.3 总砷（以 As 计）和铅（Pb）：

参考食品营养强化剂和食品添加剂的国家标准，结合 GB 14880-2012 表 A.1 中对营养强化剂锰的允许使用范围和使用量，根据《中国居民膳食指南（2016）版》的摄入量推算，确定“总砷（以 As 计） ≤ 3.0 mg/kg”和“铅（Pb） ≤ 2.0 mg/kg”的指标。

2.3 分析方法的确定：

2.3.1 鉴别试验：

依据《日本食品添加剂公定书（第八版）》以及《食品安全国家标准 食品添加剂 硫酸锰 GB 29208-2012》和《饲料添加剂 硫酸锰 GB34468-2017》确定碳酸盐和锰盐的鉴别实验方法。

2.3.2 碳酸锰含量测定：

参考工业碳酸锰标准（HG/T 4203-2011 和 HG/T2836-2011）、食品添加剂类以及营养强化剂类锰盐标准（如 GB 29208-2012 和 GB 1903.7-2015）中的方法和饲料级锰盐的标准（GB34468-2017），同时参考国内较大的生产企业实际生产中使用的企业标准（Q/ZKH 08-2013），确定含量测定采用硫酸亚铁铵标准溶液滴定（高氯酸氧化还原法）。

2.3.3 氯化物（以 Cl 计）和硫酸盐（以 SO_4 计）：

氯化物和硫酸盐指标的检测方法等同采用国家标准《化学试剂硫酸盐测定通用方法》（GB/T 9728）和《化学试剂氯化物测定通用方法》（GB/T 9729），均为“目视比浊法”。

2.3.3 总砷（以 As 计）和铅（Pb）：

总砷测定采用 GB 5009.11 或 GB 5009.76，铅测定采用 GB 5009.12 或 GB 5009.75。

三、国内外相关法规标准情况

据起草工作组查阅和掌握资料，目前美国食品化学法典（FCC 11），日本食品添加剂公定书（第八版），JECFA (79th June 2014)，欧盟食品添加剂法规(Commission Regulation(EU) No 231/2012 on Regulation(EC) No. 1333/2008)，美国药典（USP 40），英国药典（BP 2017），欧洲药典（EP 8.0）中，均没有碳酸锰相关的质量标准和规范。

四、其他需要说明的事项

暂无。

表.1 部分锰盐相关标准汇总

	本标准	Q/ZKH 08-2013 <u>饲料 碳酸锰</u>	HG/T 4203-2011 <u>工 业碳酸锰</u>	HG/T2836-2011 软磁铁氧 体用 <u>碳酸锰</u>	GB 1903.7-2015 食品 安全国家标准 食品营 养强化剂 <u>葡萄碳酸锰</u>	GB 29208-2012 食 品安全国家标准 食品添加剂 <u>硫酸 锰</u>	GB 34468-2017 饲 料添加剂 <u>硫酸锰</u>	FCC7 <u>柠檬酸锰</u>
标准适用范围	适用于以硫酸锰、 碳酸氢铵等为原料 制取的营养强化剂 碳酸锰		脱硫的催化 剂、瓷釉颜 料、清漆催干 剂和制造其 他锰盐原料 的 工业碳酸 锰	软磁铁氧体用碳酸锰	适用于以葡萄糖酸或 葡萄糖酸内酯、硫酸锰 为主要原料，经加工制 得的食品营养强化剂 葡萄糖酸锰产品	本标准适用于以 软锰矿、菱锰矿或 金属锰为原料制 得的食品添加剂 硫酸锰	适用于以锰矿石 为主要原料生产 的饲料添加剂一 水硫酸锰	——
外观	浅红色至浅棕色粉 末	粉红色至浅棕 色粉末	浅棕色或灰 白色粉末	浅红色至浅棕色粉末	——	——	略带粉红色的结 晶粉末	——
锰含量（以 MnCO ₃ 计）（%）	≥90.0	≥43.00（以 Mn 计）	42.5/41.5（以 Mn 计）	44.0-46.0/43.0-46.0（以 Mn 计）	——	——	≥31.80（以 Mn 计）	——
硫酸盐（以 SO ₄ 计）（%）	≤0.5	≤0.7	0.6/0.8	0.05/0.30/0.30/0.30/0.50	≤0.2	——	——	沉淀物灼 烧后重量 乘以 0.4113 不 能超过原 来样品重 量的

	本标准	Q/ZKH 08-2013 <u>饲料</u> <u>碳酸锰</u>	HG/T 4203-2011 <u>工</u> <u>业碳酸锰</u>	HG/T2836-2011 软磁铁氧 体用 <u>碳酸锰</u>	GB 1903.7-2015 食品 安全国家标准 食品营 养强化剂 <u>葡萄碳酸锰</u>	GB 29208-2012 食 品安全国家标准 食品添加剂 <u>硫酸</u> <u>锰</u>	GB 34468-2017 饲 料添加剂 <u>硫酸锰</u>	FCC7 <u>柠檬酸锰</u>
								0.02 %
氯化物（以 Cl 计）（%）	≤0.01	≤0.03	0.01/0.02	0.01/0.01/0.01/0.02/0.03	≤0.05	—	—	—
粒度（45 um 试 验筛筛余物） （%）	—	≤10.0	协商	1.0/3.0/3.0/-/-	—	—	细度(通过 250 μm 试验筛)：≥95%	—
铅：（以 Pb 计） （%）	≤2.0 mg/kg	≤0.002	—	0.01/0.005/0.01/0.01/0.02	≤2.0 mg/kg	≤4.0 mg/kg	≤5 mg/kg	≤2.0 mg/kg
总砷：（以 AS 计）（%）	≤3.0 mg/kg	≤0.0005	—	—	≤3.0 mg/kg	≤3.0 mg/kg	≤3 mg/kg	≤3.0 mg/kg
镉：（以 Cd 计） （%）	—	≤0.0005	—	—	—	—	≤10mg/kg	—
硒：（Se）	—	—	—	—	—	≤30 mg/kg	—	—
汞（Hg）	—	—	—	—	—	—	≤0.2 mg/kg	—
水不溶物（%）	—	—	—	—	—	—	≤0.1 %	—
干燥失重：%	—	—	—	—	—	—	—	23.0-26.0
灼烧减量，w/%	—	—	—	—	—	10.0-13.0	—	—
二氧化硅 （SiO ₂ ）（%）	—	—	—	0.01/0.01/0.02/0.02/0.05	—	—	—	—

	本标准	Q/ZKH 08-2013 <u>饲料</u> <u>碳酸锰</u>	HG/T 4203-2011 <u>工</u> <u>业碳酸锰</u>	HG/T2836-2011 软磁铁氧 体用 <u>碳酸锰</u>	GB 1903.7-2015 食品 安全国家标准 食品营 养强化剂 <u>葡萄碳酸锰</u>	GB 29208-2012 食 品安全国家标准 食品添加剂 <u>硫酸</u> <u>锰</u>	GB 34468-2017 饲 料添加剂 <u>硫酸锰</u>	FCC7 <u>柠檬酸锰</u>
铝 (Al) w/%	—	—	—	0.01/0.01/0.02/0.02/0.05	—	—	—	—
钾 (K)	—	—	—	0.01/0.01/0.01/0.01/0.02	—	—	—	—
钠 (Na)	—	—	—	0.02/0.02/0.02/0.02/0.03	—	—	—	—
钙 (Ca)	—	—	—	0.03/0.03/0.09/0.30/1.0	—	—	—	—
镁 (Mg)	—	—	—	0.02/0.02/0.05/0.10/0.50	—	—	—	—

表.2 本产品各项技术指标检验方法确定

检测项目	本标准	Q/ZKH 08-2013 饲料碳酸锰	HG/T 4203-2011 工业碳酸锰	HG/T 2836-2011 软 磁铁氧体用碳 酸锰	GB 29208-2012 食 品安全国家标准 食品添加剂 硫酸 锰	GB 1903.7-2015 食品 安全国家标准 食品 营养强化剂 葡萄碳 酸锰	GB34468-2017 饲料添 加剂 硫酸锰	GB/T 1506-2016 锰矿石 锰含量的 测定
锰离子 鉴别	A. 2. 2. 1. 1 称取 1 g 试 样，溶解于 20 mL 1 mol/L 盐酸。加入硫化 铵，生成一种能溶于乙 酸的鲑肉色沉淀。 A. 2. 2. 1. 2 称取 1 g 试 样，溶解于硝酸。加少 许铋酸钠粉末产生紫 红色。	---	---	---	取约 1g 试样，溶 于 10 mL 水，加入 硫化铵，产生浅橙 色沉淀，此沉淀溶 于乙酸。	锰盐溶液遇硫化铵溶 液产生橙红色沉淀， 该沉淀可溶于冰乙 酸。	取 0.2g 试验，溶于 50mL 水中。取 3 滴于点 滴板上，加 2 滴硝酸， 加少许铋酸钠粉末产 生紫红色	---
碳酸根 离子鉴 别	在试验溶液中滴加盐 酸时放出二氧化碳气 体，通入氢氧化钙饱和 溶液中先呈白色浑浊 液，继续通气浑浊变 清。	---	---	---	---	---	---	---
锰含量 测定	硫酸亚铁铵标准溶液 滴定(高氯酸氧化还原 法)	硫酸亚铁铵标 准溶液滴定 (硝酸铵氧化 还原法)	硫酸亚铁铵标 准溶液滴定(硝酸铵 氧化还原法)；EDTA 络合 滴定法	硫酸亚铁铵标 准溶液滴定 (硝酸铵氧化 还原法)	EDTA 络合滴定法	EDTA 络合滴定法	硫酸亚铁铵标准溶液 滴定(硝酸铵氧化还原 法)	一，电位滴定法， 二，硫酸亚铁铵标 准溶液滴定(硝酸 铵氧化还原法和 高氯酸氧化还原 法)

检测项目	本标准	Q/ZKH 08-2013 饲料碳酸锰	HG/T 4203-2011 工业碳酸锰	HG/T 2836-2011 软 磁铁氧体用碳 酸锰	GB 29208-2012 食 品安全国家标准 食品添加剂 硫酸 锰	GB 1903.7-2015 食品 安全国家标准 食品 营养强化剂 葡萄碳 酸锰	GB34468-2017 饲料添 加剂 硫酸锰	GB/T 1506-2016 锰矿石 锰含量的 测定
硫酸盐 (以 SO ₄ 计)	目视比浊法	目视比浊法	目视比浊法	目视比浊法	——	目视比浊法	——	——
氯化物 (以 Cl 计)	目视比浊法	目视比浊法	目视比浊法	目视比浊法	——	目视比浊法	——	——
总砷: (以 AS 计)	GB 5009.11 或 GB 5009.76	砷斑法	——	——	GB 5009.76	GB 5009.76	按 GB/T13079-2006 中 5 测定, 其中试样处理 按 5.4.1.2.1 进行	——
铅: (以 Pb 计)	GB 5009.12 或 GB 5009.75	原子吸收光谱 分析法	——	GB/T23768-20 09 第四章	原子吸收分光光 度法	GB 5009.12	按 GB/T13080-2004 测 定, 其中试样溶解按照 GB/T 13080-2004 中 7.1.2.1 进行。试样测 定需扣除背景。	——