



中华人民共和国国家标准

GB 1886.219—2016

食品安全国家标准

食品添加剂 苋菜红铝色淀

2016-08-31 发布

2017-01-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本标准代替 GB 4479.2—2005《食品添加剂 苋菜红铝色淀》。

本标准与 GB 4479.2—2005 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 食品添加剂 苋菜红铝色淀”;
- 增加了化学名称、相对分子质量;
- 外观指标名称修改为感官要求,修改了指标要求;
- 修改了含量指标要求;
- 盐酸和氨水中不溶物指标名称修改为盐酸不溶物,修改了检验方法;
- 重金属(以 Pb 计)指标名称修改为铅,修改了指标要求及检验方法;
- 删除了干燥减量、副染料、钡指标要求及检验方法;
- 修改了砷的检验方法。

食品安全国家标准

食品添加剂 苋菜红铝色淀

1 范围

本标准适用于以食品添加剂苋菜红和铝盐为原料经色淀化而制得的食品添加剂苋菜红铝色淀。

2 化学名称和相对分子质量

2.1 化学名称

1-(4'-磺基-1'-萘偶氮)-2-萘酚-3,6-二磺酸三钠盐的铝色淀。

2.2 相对分子质量

604.48(以苋菜红计)(按 2013 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	紫红色	取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下,观察其色泽和状态
状态	粉末	

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
苋菜红含量 $w/\%$	符合声称	附录 A 中 A.4
盐酸不溶物 $w/\%$	\leq 0.5	附录 A 中 A.5
砷(As)/(mg/kg)	\leq 3.0	GB 5009.11 或 GB 5009.76
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq 5.0	GB 5009.12 或 GB 5009.75

附录 A 检验方法

A.1 安全提示

本标准的检验方法中使用的部分试剂具有毒性或者腐蚀性,操作时应采取适当的安全和防护措施。

A.2 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。试验中所用标准溶液、杂质测定用标准溶液、制剂和制品,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.3 鉴别试验

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 硫酸溶液:1+20。

A.3.1.2 盐酸溶液:1+4。

A.3.1.3 氢氧化钠溶液:100 g/L。

A.3.1.4 乙酸铵溶液:1.5 g/L。

A.3.1.5 活性炭。

A.3.2 仪器和设备

A.3.2.1 分光光度计。

A.3.2.2 比色皿:10 mm。

A.3.3 分析步骤

A.3.3.1 颜色反应

称取约 0.1 g 试样,加 5 mL 硫酸溶液,在水浴中不断摇动,加热约 5 min,溶液呈紫红色,冷却后,取上层澄清液滴 2 滴~3 滴,加 5 mL 水,仍呈紫红色。

A.3.3.2 铝盐反应

称取约 0.1 g 样品,加 5 mL 盐酸溶液,在水浴中加热,使其大部分溶解。加 0.5 g 活性炭,充分摇匀,冷却后过滤。取无色滤液,加氢氧化钠溶液中和后,呈现铝盐反应。

A.3.3.3 最大吸收波长

称取约 0.1 g 样品,加硫酸溶液 5 mL,在水浴中加热溶解,充分搅匀后,加乙酸铵溶液配至 100 mL。溶液不澄清时进行离心分离。然后取此溶液 1 mL~5 mL,加乙酸铵溶液配至 100 mL。用分光光度计以 10 mm 比色皿进行测定,此溶液的最大吸收波长为 518 nm~522 nm。

注:测定的吸光度应在 0.3~0.7,否则调整试样浓度。

A.4 苋菜红含量的测定

A.4.1 三氯化钛滴定法(仲裁法)

A.4.1.1 方法提要

在酸性介质中,苋菜红结构中的偶氮基被三氯化钛还原分解,按三氯化钛标准滴定溶液的消耗量,计算其含量。

A.4.1.2 试剂和材料

A.4.1.2.1 柠檬酸三钠。

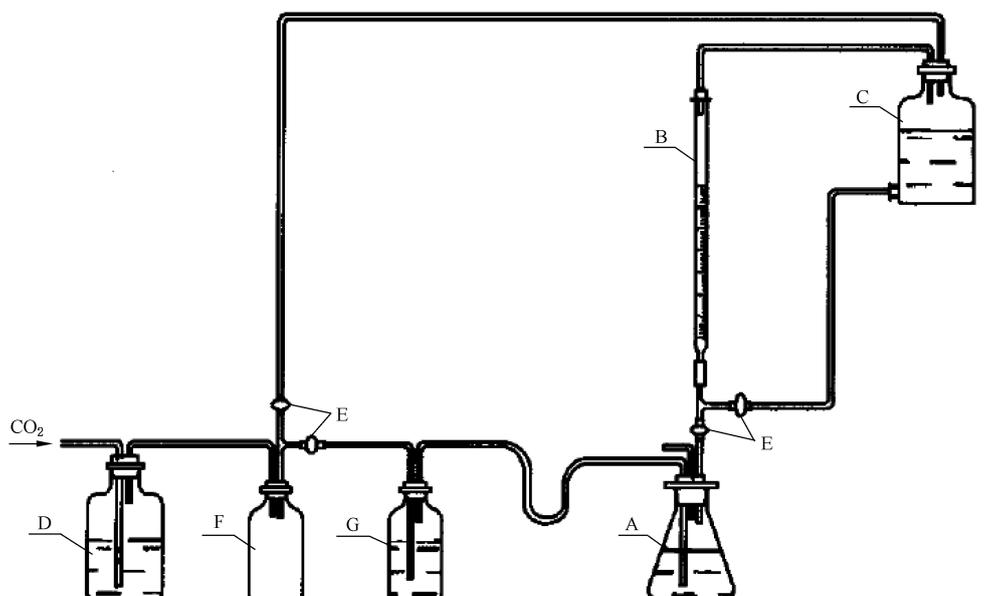
A.4.1.2.2 三氯化钛标准滴定溶液: $c(\text{TiCl}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ (现用现配,配制方法见附录 B)。

A.4.1.2.3 硫酸溶液:1+20。

A.4.1.2.4 二氧化碳:含量 $\geq 99\%$ 。

A.4.1.3 仪器和设备

三氯化钛滴定法装置图见图 A.1。



说明:

- A —— 锥形瓶(500 mL);
- B —— 棕色滴定管(50 mL);
- C —— 包黑纸的下口玻璃瓶(2 000 mL);
- D —— 盛碳酸铵和硫酸亚铁等量混合液的容器(5 000 mL);
- E —— 活塞;
- F —— 空瓶;
- G —— 装有水的洗气瓶。

图 A.1 三氯化钛滴定法的装置图

A.4.1.4 分析步骤

称取约 2 g 试样(精确至 0.000 1 g),置于 500 mL 锥形瓶中,加入硫酸溶液 20 mL 及 50 mL 新煮沸

并冷却至室温的水,不断摇动下水浴加热至溶解后,加入 15 g 柠檬酸三钠和 150 mL 新煮沸的水,振荡溶解后,按图 A.1 装好仪器,在液面下通入二氧化碳的同时,加热至沸,并用三氯化钛标准滴定溶液滴定到试样溶液固有颜色消失为终点。

A.4.1.5 结果计算

苋菜红含量(质量分数) w_1 ,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{V \times c \times M}{m \times 1\,000 \times 4} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

V —— 滴定试样耗用的三氯化钛标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c —— 三氯化钛标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M —— 苋菜红的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), $[M(C_{20}H_{11}N_2Na_3O_{10}S_3) = 604.48]$;

m —— 试样的质量,单位为克(g);

1 000—— 体积换算系数;

4 —— 摩尔换算系数。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准(保留 1 位小数)。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 1.0%。

A.4.2 分光光度比色法

A.4.2.1 方法提要

将试样与已知含量的苋菜红对照品分别用水溶解后,在最大吸收波长处,分别测其吸光度,然后计算其含量。

A.4.2.2 试剂和材料

A.4.2.2.1 乙酸铵溶液:1.5 g/L。

A.4.2.2.2 苋菜红对照品:含量 $\geq 85.0\%$ (按 A.4.1 测定)。

A.4.2.2.3 硫酸溶液:1+20。

A.4.2.3 仪器和设备

A.4.2.3.1 分光光度计。

A.4.2.3.2 比色皿:10 mm。

A.4.2.4 苋菜红对照品溶液的配制

称取约 0.5 g 苋菜红对照品(精确到 0.0001 g),溶于适量水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。准确吸取 10 mL,移入 500 mL 容量瓶中,加入乙酸铵溶液稀释至刻度,摇匀,备用(最大吸收波长处的吸光度值应在 0.3~0.7)。

A.4.2.5 苋菜红铝色淀试样溶液的配制

称取约 0.5 g 苋菜红铝色淀试样(精确到 0.000 1 g),加入硫酸溶液 20 mL 及 50 mL 新煮沸并冷却至室温的水,不断摇动下水浴加热至溶解后,移入 500 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。吸取 10 mL,移入 500 mL 容量瓶中,加乙酸铵溶液稀释至刻度,摇匀,备用(最大吸收波长处的吸光度应在 0.3~0.7)。

A.4.2.6 分析步骤

将苋菜红对照品溶液和苋菜红铝色淀试样溶液分别置于 10 mm 比色皿中,同在最大吸收波长处用

分光光度计测定各自的吸光度,以乙酸铵溶液作参比液。

A.4.2.7 结果计算

苋菜红含量(质量分数) w_1 ,按式(A.2)计算:

$$w_1 = \frac{A_1 \times m_0}{A_0 \times m_1} \times w_0 \times 2 \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

A_1 ——试样溶液的吸光度;

m_0 ——苋菜红对照品的质量,单位为克(g);

A_0 ——苋菜红对照品的溶液的吸光度;

m_1 ——试样的质量,单位为克(g);

w_0 ——苋菜红对照品的质量分数(按 A.4.1 测定),%;

2 ——苋菜红铝色淀标准溶液与苋菜红铝色淀试样溶液的稀释倍数。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准(保留 1 位小数)。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 1.0%。

A.5 盐酸不溶物含量的测定

A.5.1 试剂和溶液

A.5.1.1 盐酸。

A.5.1.2 盐酸溶液:5+995。

A.5.2 仪器和设备

A.5.2.1 玻璃砂芯坩埚(G_4):孔径为 5 μm ~15 μm 。

A.5.2.2 恒温干燥箱。

A.5.3 分析步骤

称取约 5 g 试样(精确至 0.001 g),置于 500 mL 烧杯中,加 250 mL 水和 60 mL 盐酸,盖上表面皿后加热煮沸,直至色淀完全溶解。冷却后,用已在 135 $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 烘至恒量的玻璃砂芯坩埚(G_4)过滤,并用已加热至 50 $^{\circ}\text{C}$ ~70 $^{\circ}\text{C}$ 的热盐酸溶液洗涤烧杯和玻璃砂芯坩埚(G_4),直至洗液无色,然后在 135 $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 恒温干燥箱中烘至恒量。

A.5.4 结果计算

盐酸不溶物的质量分数 w_2 ,按式(A.3)计算:

$$w_2 = \frac{m_2 - m_3}{m_4} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

m_2 ——干燥后盐酸不溶物和玻璃砂芯坩埚的质量,单位为克(g);

m_3 ——玻璃砂芯坩埚的质量,单位为克(g);

m_4 ——试样的质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准(保留 1 位小数)。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 0.2%。

附录 B

三氯化钛标准滴定溶液的配制方法

B.1 试剂和材料

B.1.1 盐酸。

B.1.2 硫酸亚铁铵。

B.1.3 硫氰酸铵溶液:200 g/L。

B.1.4 硫酸溶液:1+1。

B.1.5 三氯化钛溶液。

B.1.6 重铬酸钾标准滴定溶液: $c(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7)=0.1$ mol/L。

B.2 仪器和设备

滴定装置图见图 A.1。

B.3 三氯化钛标准滴定溶液的配制

B.3.1 配制

取 100 mL 三氯化钛溶液和 75 mL 盐酸,置于 1 000 mL 棕色容量瓶中,用新煮沸并已冷却到室温的水稀释至刻度,摇匀,立即倒入避光的下口瓶中,在二氧化碳气体保护下贮存。

B.3.2 标定

称取约 3 g(精确至 0.000 1 g)硫酸亚铁铵,置于 500 mL 锥形瓶中,在二氧化碳气流保护作用下,加入 50 mL 新煮沸并已冷却的水,使其溶解,再加入 25 mL 硫酸溶液,继续在液面下通入二氧化碳气流作保护,迅速准确加入 35 mL 重铬酸钾标准滴定溶液,然后用需标定的三氯化钛标准溶液滴定到接近计算量终点,立即加入 25 mL 硫氰酸铵溶液,并继续用需标定的三氯化钛标准溶液滴定到红色转变为绿色,即为终点。整个滴定过程应在二氧化碳气流保护下操作,同时做空白试验。

B.3.3 结果计算

三氯化钛标准溶液的浓度 $c(TiCl_3)$,单位为摩尔每升(mol/L),按式(B.1)计算:

$$c(TiCl_3) = \frac{V \times c}{V_1 - V_2} \dots\dots\dots(B.1)$$

式中:

V ——重铬酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——重铬酸钾标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定被重铬酸钾标准滴定溶液氧化成高钛所用去的三氯化钛标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定空白用去三氯化钛标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后 4 位。

以上标定需在分析样品时即时标定。
