

前 言

本标准等效采用《日本食品添加物公定书》第6版(1992),根据该书中“食用黄色4号铝色淀(柠檬黄铝色淀)”标准对GB 4481.2—1994进行修订。

本标准同日本标准主要技术差异如下:

1. 副染料测定延用GB 4481.2—1994,采用FAO/WHO中测定方法,指标为 $\leq 0.5\%$,日本标准为斑点限量法。

2. 砷(以As计)含量测定方法采用GB/T 8450—1987食品添加剂中砷的测定方法,指标为 $\leq 0.0003\%$ (以As计),日本指标为 $\leq 0.0004\%$ (As_2O_3)。

3. 产品含量测定除三氯化钛滴定法外,增加相对简便的分光光度法,用于日常测定。以三氯化钛法为仲裁方法。

4. 氯化物(以NaCl计)及硫酸盐(Na_2SO_4 计)测定方法为化学滴定法,日本标准为离子色谱法。

本标准与GB 4481.2—1994主要区别如下:

重金属(以Pb计)的测试方法,GB 4481.2—1994为原子吸收分光光度法,本标准为限量比色化学分析法。

本标准1994年首次发布,于1999年进行第一次修订。

本标准从实施之日起,同时代替GB 4481.2—1994。

本标准由国家石油和化学工业局提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会、卫生部食品监督检验所归口。

本标准由上海市染料研究所、上海市卫生局卫生监督所负责起草。

本标准主要起草人:丁德毅、刘静、施怀炯、应慧茹、关建雄、周艳琴。

本标准委托全国染料标准技术委员会负责解释。

中华人民共和国国家标准

食品添加剂 柠檬黄铝色淀

GB 4481.2—1999

代替 GB 4481.2—1994

Food additive—

Tartrazine aluminum lake

1 范围

本标准规定了食品添加剂柠檬黄铝色淀的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存。
本标准适用于食品添加剂柠檬黄与氢氧化铝作用生成的颜料色淀。

分子式： $C_{16}H_{12}N_4O_9S_2$

相对分子质量：468.42(按 1995 年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格及试验方法

GB/T 8450—1987 食品添加剂中砷的测定方法

GB 4481.1—1999 食品添加剂 柠檬黄

3 要求

3.1 外观 黄色粉末。

3.2 食品添加剂柠檬黄铝色淀的质量应符合表 1 要求。

表 1 要求

%

项 目	指 标
含量(以色酸计)	\geq 10.0
干燥减量	\leq 30.0
盐酸和氨水中不溶物	\leq 0.5
氯化物(以 NaCl 计)及硫酸盐(以 Na_2SO_4 计)	\leq 2.0
副染料	\leq 0.5
砷(以 As 计)	\leq 0.000 3
重金属(以 Pb 计)	\leq 0.002
钡(以 Ba 计)	\leq 0.05

国家质量技术监督局 1999-07-12 批准

2000-01-01 实施

4 试验方法

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 中规定的三级水。试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、试剂及制品在没有注明其他规定时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定配制。

4.1 外观

用目视测定。

4.2 鉴别

4.2.1 试剂和材料

- a) 硫酸;
- b) 硫酸溶液:1+20;
- c) 盐酸溶液:1+3;
- d) 乙酸铵溶液:1.5 g/L;
- e) 氢氧化钠溶液:100 g/L。

4.2.2 仪器、设备

分光光度计。

4.2.3 试验方法

4.2.3.1 称取约 0.1 g 试样,加硫酸 5 mL,在水浴中不时地搅动,加热,约 5 min 时显黄色。冷却后,取上层澄清溶液 2~3 滴加水 5 mL 时显黄色。

4.2.3.2 称取约 0.1 g 试样,加硫酸溶液 5 mL,在水浴上加热溶解,加乙酸铵溶液配至 100 mL,再吸取 2 mL,用乙酸铵溶液配至 100 mL,该溶液的最大吸收波长应为 428 nm \pm 2 nm 处。

4.2.3.3 称取约 0.1 g 试样,加 10 mL 盐酸溶液,在水浴中加热使其大部分溶解,加活性炭 0.5 g,充分摇匀后过滤。溶液澄清,呈黄色溶液冷却,用氢氧化钠中和至逐渐有黄色胶状沉淀。

4.3 含量的测定

4.3.1 三氯化钛滴定法(仲裁法)

4.3.1.1 方法提要

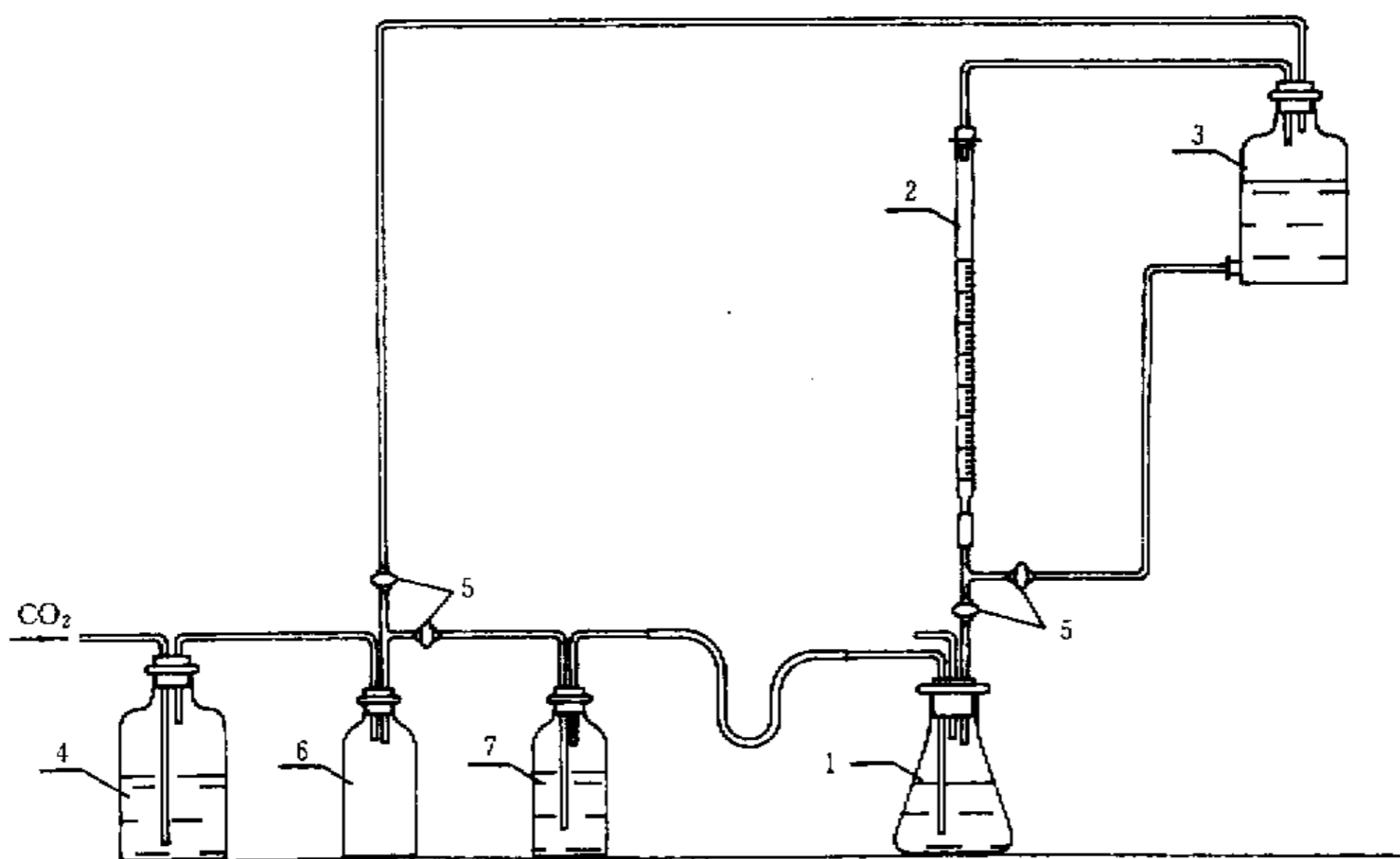
在碱性介质中,染料中的偶氮基被三氯化钛还原分解成氨基化合物,按三氯化钛标准滴定溶液的消耗量来计算染料百分含量。

4.3.1.2 试剂和材料

- a) 柠檬酸三钠;
- b) 硫酸溶液:1+9;
- c) 三氯化钛标准滴定溶液: $c(\text{TiCl}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ (新配制的,配制方法见 GB 4481.1—1999 中附录 A);
- d) 钢瓶装二氧化碳。

4.3.1.3 分析步骤

称取约 7 g 试样,精确至 0.000 2 g,加硫酸溶液 80 mL,在 40 $^{\circ}\text{C}$ ~50 $^{\circ}\text{C}$ 下搅拌溶解,移入 250 mL 容量瓶中,用新煮沸并已冷却至室温的水稀释至刻度,摇匀准确吸取 50 mL,置于 500 mL 锥形瓶中,加入柠檬酸三钠 30 g,水 200 mL,按图 1 装好仪器,在液面下通入二氧化碳气流的同时加热至沸,并用三氯化钛标准滴定溶液滴定到无色为终点。



1—锥形瓶(500 mL); 2—棕色滴定管(50 mL); 3—包黑纸的下口玻璃瓶(2 000 mL);
4—盛 10%碳酸铵和 10%硫酸亚铁等量混合液的容器(5 000 mL); 5—活塞;
6—空瓶; 7—装有水的洗气瓶

图 1 三氯化钛滴定法的装置图

4.3.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示柠檬黄铝色淀的含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{V \times c \times 0.1171}{m \times \frac{50}{250}} \times 100 = \frac{V \times c \times 58.55}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中: V ——滴定试样耗用的三氯化钛标准滴定溶液的体积, mL;

c ——三氯化钛标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料的质量, g;

0.1171——与 1.00 mL 三氯化钛标准滴定溶液 [$c(\text{TiCl}_3) = 1 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的柠檬黄铝色淀质量, g。

4.3.1.5 允许差

二次平行测定结果之差不大于 1.0%, 取其算术平均值作为测定结果。

4.3.2 分光光度比色法

4.3.2.1 方法提要

将试样与已知含量的标样分别用水溶解后, 在最大吸收波长处, 分别测其吸光度, 然后计算出试样的含量。

4.3.2.2 试剂和材料

- a) 酒石酸氢钠;
- b) 柠檬黄标样: $\geq 85.0\%$; 含量以三氯化钛滴定法。

4.3.2.3 仪器、设备

- a) 分光光度计;
- b) 比色皿: 10 mm。

4.3.2.4 柠檬黄标样溶液的配制

称取柠檬黄标样 0.5 g, 精确至 0.000 2 g, 溶于适量的水中, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。准确吸取 10 mL, 移入 500 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。

4.3.2.5 柠檬黄铝色淀试样的配制

称取柠檬黄铝色淀试样 4.25 g, 精确至 0.000 2 g, 加入水 20 mL 和酒石酸氢钠约 2 g, 缓慢加热至 90℃, 其余同柠檬黄标准溶液的配制。

4.3.2.6 测试方法

将标样溶液和试样溶液同在 428 nm±2 nm 波长处用 10 mm 比色皿在分光光度计上测量各自的吸光度。

以水作参比液。

4.3.2.7 分析结果的表述

以质量百分数表示的柠檬黄铝色淀的含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{A}{A_s} \times X_s \times \frac{10}{85} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: A ——试验溶液的吸光度;

A_s ——标样溶液的吸光度;

X_s ——柠檬黄铝色淀标准样品的质量百分含量(三氯化钛法);

10/85——试料总含量。

4.3.2.8 允许差

二次平行测定结果之差不大于 2.0%, 取其算术平均值作为测定结果。

4.4 干燥减量含量的测定

按 GB 4481.1—1999 中 4.4.1 执行。

4.5 盐酸和氨水中不溶物含量的测定

4.5.1 试剂和材料

- a) 盐酸;
- b) 盐酸溶液: 3+7;
- c) 氨水溶液: 4+96;
- d) 硝酸银溶液: $c(\text{AgNO}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

4.5.2 测试方法

称取约 2 g 试样, 精确至 0.01 g, 置于 600 mL 烧杯中, 加入水 20 mL 和盐酸 20 mL, 充分搅拌后加入热水 300 mL, 搅匀, 盖上表面皿。在 70℃~80℃ 的水浴中加热 30 min, 放冷、用已在 135℃±2℃ 烘至恒重的 G4 砂芯坩埚过滤, 用水将烧杯中的不溶物冲洗到坩埚中, 洗涤至洗液无色后, 再用氨水溶液 100 mL 洗涤, 用盐酸溶液 10 mL 洗涤, 以后用水洗到溶液用硝酸银溶液检测无白色沉淀, 然后放入 135℃±2℃ 恒温烘箱中烘至恒重的称量瓶中, 在 135℃±2℃ 恒温烘箱中烘至恒重。

4.5.3 分析结果的表述

以质量百分数表示盐酸和氨水中不溶物含量(X_3)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: m_1 ——干燥后不溶物质量, g;

m ——试料质量, g。

4.5.4 允许差

二次平行测定结果之差不大于 0.10%, 取其算术平均值作为测定结果。

4.6 氯化物(以 NaCl 计)及硫酸盐(以 Na_2SO_4 计)含量的测定

按 GB 4481.1—1999 4.4.2 及 4.4.3 执行。

氯化物(以 NaCl 计)及硫酸盐(以 Na_2SO_4 计)的质量百分含量总和不得大于 2.0%。

4.7 副染料含量的测定

4.7.1 试剂和材料

- a) 无水乙醇;
- b) 正丁醇;
- c) 丙酮溶液:1+1;
- d) 氨水溶液:4+96;
- e) 碳酸氢钠溶液:4 g/L;
- f) 酒石酸氢钠。

4.7.2 仪器、设备

- a) 分光光度计;
- b) 层析滤纸:1号中速,150 mm×250 mm;
- c) 层析缸:φ240 mm×300 mm;
- d) 微量进样器:100 μL。

4.7.3 分析步骤

4.7.3.1 纸上层析条件

- a) 展开剂:正丁醇+无水乙醇+氨水溶液=6+2+3。
- b) 温度:20℃~25℃。

4.7.3.2 试样洗出液的制备

称取试样约2 g,精确至0.01 g,置于烧杯中,加入水80 mL和酒石酸氢钠6 g,缓缓加热至90℃,搅拌使其溶解,移入100 mL容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用微量进样器准确吸取200 μL,均匀地点在离滤纸底边25 mm的一条基线上,成一直线,使其在滤纸上的宽度不超过5 mm,长度为130 mm,用吹风机吹干,将滤纸放入层析缸中展开,滤纸底边浸入展开剂液面下10 mm,待展开剂前沿线上升至150 mm或直至副染料分离满意为止(见图2),取出,用吹风机以冷风吹干。

同时用空白滤纸在相同条件下展开,该空白滤纸必须和样品溶液展开用的滤纸在同一张600 mm×600 mm的滤纸上相邻部位裁取。

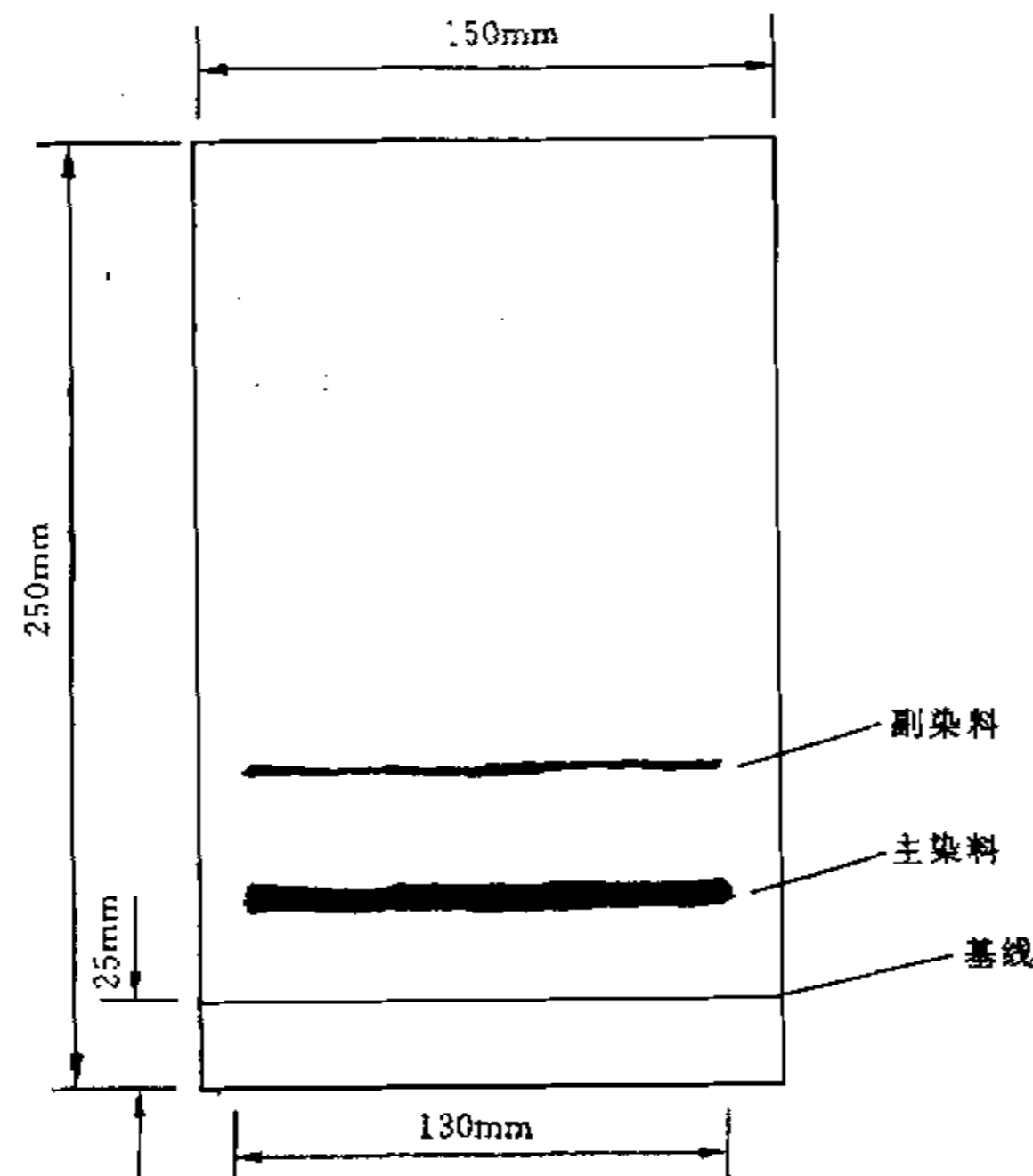


图2 副染料纸上层析示意图

将副染料和在空白滤纸上与副染料相对应的部位的滤纸,按同样大小剪下,并剪成5 mm×15 mm的细条,置于50 mL的纳氏比色管中,准确加入丙酮溶液5 mL,摇动3 min~5 min后,再准确加入碳酸氢钠溶液20 mL,充分摇动,将萃取液分别在3号玻璃砂芯漏斗中自然过滤,滤液必须澄清,无悬浮物,在副染料的最大吸收波长处用50 mm的比色皿,测定吸光度。

以丙酮溶液5 mL和碳酸氢钠溶液20 mL混合液作参比液。

4.7.3.3 标样洗出液的制备

准确吸取上述2%试样溶液6 mL,移入100 mL容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用微量进样器吸取200 μL,均匀地点在离滤纸底边25 mm的一条基线上,用冷风吹干,将滤纸放入层析缸中展开,待展开剂前沿仅上升40 mm,取出后吹干,剪下的所有染料部分,萃取操作同前,用10 mm比色皿在最大吸收波长处测吸光度。

同时用空白滤纸在相同的条件下展开,按相同方法操作后测萃取液的吸光度。

4.7.4 分析结果的表述

以质量百分数表示柠檬黄铝色淀副染料的含量(X_4)按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{A-b}{A_s-b_s} \times 6 \times \frac{10}{100} \dots\dots\dots(4)$$

式中: A ——副染料萃取液以50 mm光径长度计算的吸光度;

b ——副染料对照空白萃取液以50 mm光径长度计算的吸光度;

A_s ——标准萃取液以10 mm光径长度计算的吸光度;

b_s ——标准对照空白萃取液以10 mm光径长度计算的吸光度;

5——折算成10 mm光径长度的比数;

6——以2%试样溶液作基准的标准萃取液的参比浓度, %;

$\frac{10}{100}$ ——试料的总含量。

4.7.5 允许差

二次平行测定结果之差不大于0.2%,取其算术平均值作为测定结果。

4.8 砷含量的测定

按GB 4481.1—1999中4.7执行。

4.9 重金属含量的测定

4.9.1 试剂和材料

a) 硫酸;

b) 盐酸;

c) 硝酸;

d) 盐酸溶液:1+3;

e) 醋酸铵溶液:1+9;

f) 硫化钠溶液:100 g/L;

g) 铅标准溶液:0.01 mg/mL。取含铅(Pb)0.1 mg/mL的铅标准溶液10 mL于100 mL容量瓶中,稀释至刻度。

4.9.2 测试方法

称取试样2.5 g,精确至0.01 g,放入石英制或瓷制坩埚中,加入少许硫酸润湿,徐徐灼烧,在低温下尽量使之灰化后,放冷,加硫酸1 mL慢慢加热至硫酸蒸气几乎不再发生,放入电炉中,在450℃~550℃灼烧3 h后,放冷。再加盐酸5 mL及硝酸1 mL,充分粉碎研细,在水浴上蒸发干涸。再加盐酸5 mL,将块充分粉碎研细,在水浴上蒸发干涸。加盐酸溶液10 mL,加热溶解,冷却后,用定量分析滤纸(5号C)过滤。用盐酸溶液30 mL洗涤滤纸上的残渣,将洗液和滤液合并,在水浴上蒸发至干涸。加盐酸溶液

10 mL于残渣上,加热溶解,冷却后过滤,再用盐酸溶液 5 mL 及水 5 mL 洗涤容器及滤纸上的残渣,将洗液和滤液合并,加水至 50 mL,作为试样液。

不用试样进行同样操作,作为空白试验液。

量取试样液 20 mL,加乙酸铵溶液,调至 pH 值约 4,加水配至 50 mL 作为试验液。

另外量取空白试验液 20 mL 及铅标准液 2.0 mL,与试样一样操作,配成比较液。往两液中各加硫化钠试液 2 滴后,摇匀,放置 5 min,试验液颜色不应深于比较液。

4.10 钡含量的测定

4.10.1 试剂和材料

- a) 硫酸;
- b) 硫酸溶液:1+19;
- c) 盐酸溶液:1+3。

4.10.2 测试方法

准确称取试样 1 g,精确至 0.01 g,放于白金制(瓷制或石英制)坩埚中,加少量硫酸润湿,徐徐加热,尽量在低温下使之几乎全部灰化后,放冷,再加硫酸 1 mL,慢慢加热至几乎不发生硫酸蒸气为止,放入电炉中,于 450℃~550℃灼烧 3 h。冷却后,加 5 g 无水碳酸钠充分混合,加盖加热熔化。再继续加热 10 min,冷却后,加水 20 mL,在水浴上加热,将熔融物溶解。冷却后,过滤,用水洗涤滤纸上的残渣至洗液不呈硫酸盐反应为止。然后将纸上的残渣与滤纸一起移至烧杯中,加盐酸溶液 30 mL,充分摇混后煮沸。冷却后,过滤,用水 10 mL 洗涤滤纸上的残渣,将洗液与滤液合并,在水浴上蒸发干涸。加 5 mL 水使残渣溶解,必要时过滤,再加水配至 10 mL,加盐酸溶液 0.1 mL,充分混合后,加硫酸溶液 1 mL 混合,放置 10 min 时,不得混浊。

5 检验规则

5.1 食品添加剂柠檬黄铝色淀,由生产单位的质量检验部门按本标准的规定对产品质量进行检验。生产单位应保证所有出厂的食品添加剂柠檬黄铝色淀质量均符合本标准的要求,并有一定格式的质量证明书。

5.2 食品添加剂柠檬黄铝色淀,以一次拼混的均匀产品为一批。

5.3 瓶装产品采样应从每批产品包装箱(每箱为 10×150 g)总数中选取 10%,再从选出的箱中选取 10%瓶,从选出的瓶中,在每瓶的中心处取出不少于 50 g 的样品,取样时应小心,不使外界杂质落入产品中,将所采得样品迅速混匀后从中取约 100 g,分别装于二个清洁、干燥的磨口玻璃瓶中,并用石蜡密封,贴上标签,注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期。一瓶供检验,另一瓶留样备查。

5.4 检验结果若有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中取样复检,复检结果如仍有一项指标不符合本标准要求时,则该批产品为不合格。

5.5 使用单位有权按照本标准规定的检验规则和试验方法对所收到的食品添加剂柠檬黄铝色淀的质量进行验收。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 包装箱上应有牢固清晰的标志,内容包括:“食品添加剂着色剂”字样、产品名称、商标、生产厂名和地址、数量、毛重、生产日期和批号、保质期。

6.2 每一瓶出厂产品,应有明显的标识,内容包括:“食品添加剂”字样、产品名称、生产厂名和地址、商标、生产和食品卫生许可证号、产品标准号和标准名称、保质期、生产日期和批号、净含量、使用说明。

6.3 食品添加剂柠檬黄铝色淀装于聚乙烯塑料瓶中,每瓶 150 g,每 10 瓶外套箱固封,其他形式包装可由生产厂和用户协商确定。

6.4 运输时必须防雨、防潮、防晒,应贮存于干燥、阴凉的库房中。

- 6.5 本产品 在贮运中不得与有毒、有害的其他物质混装、混运、一起堆放。
- 6.6 本产品从生产日期起,保质期为五年。逾期重新检验完全符合本标准的要求,方可使用。
-