



中华人民共和国国家标准

GB 8850—2005
代替 GB 8850—1988

食品添加剂 对羟基苯甲酸乙酯

Food additive—Ethyl *p*-hydroxybenzoate

2005-06-30 发布

2005-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准表 1 中的部分指标为强制性的,其余为推荐性的。

本标准修改采用《日本食品添加物公定书》第七版(1999)“对羟基苯甲酸乙酯”(以下简称日本标准)(日文版)。

本标准根据日本标准重新起草。

考虑到我国国情,在采用日本标准时,本标准做了一些修改。本标准与日本标准的主要差异如下:

- 砷含量指标由 $\leq 4.0 \mu\text{g/g}$ (以 As_2O_3 计)修改为 $\leq 0.000 1\%$ (以 As 计)(本标准的 3.2)。这是为了严格对产品质量的控制;
- 对羟基苯甲酸乙酯含量的测定,用酸度计代替指示剂指示滴定终点。这是为了减少分析误差。其余项目的试验方法均引用产品试验方法国家标准(原理和操作与日本标准基本相同)(本标准的第 4 章)。

本标准代替 GB 8850—1988《食品添加剂 对羟基苯甲酸乙酯》。

本标准与 GB 8850—1988 相比主要变化如下:

- 对羟基苯甲酸乙酯含量指标由“ $\geq 99.0\%$ ”修改为“ $99.0\% \sim 100.5\%$ ”(1988 年版的 1.2,本版的 3.2);试验方法中用酸度计代替指示剂指示滴定终点(1988 年版的 2.2,本版的 4.4);
- 熔点的测定试验方法中增加数字熔点仪法,原试验方法(毛细管法)作为仲裁法(1988 年版的 2.3,本版的 4.5);
- 取消了对羟基苯甲酸及水杨酸项目(1988 年版的 1.2);
- 酸度项目名称修改为“游离酸(以对羟基苯甲酸计)含量”,指标由“合格”修改为“ $\leq 0.55\%$ ”(1988 年版的 1.2,本版的 3.2);
- 重金属含量的测定方法中用硫化钠试剂代替饱和硫化氢试剂(1988 年版的 2.10,本版的 4.11);
- 将所有项目均为出厂检验项目,修改为所有项目均为型式检验项目,其中对羟基苯甲酸乙酯含量、熔点、游离酸含量、硫酸盐含量、干燥减量均为出厂检验项目(见本版的 5.1)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机化工分会(SAC/TC63/SC2)和中国疾病预防控制中心营养与食品安全所归口。

本标准起草单位:浙江圣效化学品有限公司。

本标准主要起草人:朱汉刚、祝云飞、龚孝龙。

本标准于 1988 年 2 月首次发布。

食品添加剂 对羟基苯甲酸乙酯

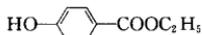
1 范围

本标准规定了对羟基苯甲酸乙酯的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于由对羟基苯甲酸和乙醇以硫酸为催化剂酯化而制成的食品添加剂对羟基苯甲酸乙酯。该产品在食品、药品和化妆品中作防腐剂。

分子式： $C_9H_{10}O_3$

结构式：



相对分子质量：166.18(按 2001 年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 191 包装储运图示标志(GB/T 191—2000, eqv ISO 780:1997)

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602—2002, ISO 6353-1:1982, NEQ)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002, ISO 6353-1:1982, NEQ)

GB/T 617 化学试剂 熔点范围测定通用方法

GB/T 5009.76 食品添加剂中砷的测定

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

GB/T 9724—1988 化学试剂 pH 值测定通则

GB/T 9741 化学试剂 灼烧残渣测定通用方法

3 要求

3.1 性状：白色结晶粉末，无臭味或有轻微的特殊香气，味微苦，灼麻。

3.2 食品添加剂对羟基苯甲酸乙酯应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标
对羟基苯甲酸乙酯($C_9H_{10}O_3$)(以干基计)的质量分数/%	99.0~100.5
熔点/℃	115~118
游离酸(以对羟基苯甲酸计)的质量分数/%	≤ 0.55
硫酸盐(以 SO_4 计)的质量分数/%	≤ 0.024
干燥减量的质量分数/%	≤ 0.50

表 1(续)

项 目	指 标
灼烧残渣的质量分数/%	≤ 0.05
砷(As)的质量分数/%	≤ 0.000 1
重金属(以 Pb 计)的质量分数/%	≤ 0.001
注: 砷(As)的质量分数和重金属(以 Pb 计)的质量分数为强制性要求。	

4 试验方法

4.1 警示

试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和健康措施。

4.2 一般规定

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂或和 GB/T 6682 中规定的三级水。分析中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,在沒有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

4.3 鉴别试验

4.3.1 试剂

4.3.1.1 氢氧化钠溶液:40 g/L;

4.3.1.2 氯化钡溶液:250 g/L;

4.3.1.3 氢氧化钠溶液:80 g/L;

4.3.1.4 硫酸溶液:1+17;

4.3.1.5 碘溶液:12.7g/L。

4.3.2 鉴别方法

4.3.2.1 称取约 0.5 g 实验室样品,精确至 0.01 g,加 10 mL 氢氧化钠溶液(4.3.1.1)煮沸 30 min,蒸发至约 5 mL,冷却,加硫酸溶液使成酸性,过滤,沉淀用水洗至滤液用氯化钡溶液检定不发生浑浊,然后将沉淀物在 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 干燥 1 h,按 GB/T 617 测定熔点,其终熔温度应在 $213^{\circ}\text{C} \sim 217^{\circ}\text{C}$ 范围内。

4.3.2.2 称取 0.5 g 实验室样品,精确至 0.01 g,加 5 mL 氢氧化钠溶液(4.3.1.3),置于沸水浴中加热 5 min,加 6 mL 硫酸溶液,冷却,过滤,滤液中加 5 mL 氢氧化钠溶液(4.3.1.3),温热至 50°C ,然后加 5 mL 碘溶液,出现碘仿的气味,接着生成沉淀。

4.4 对羟基苯甲酸乙酯含量的测定

4.4.1 方法提要

试样与一定量的氢氧化钠进行皂化反应,过量的氢氧化钠用硫酸标准滴定溶液滴定,用酸度计指示终点。根据消耗硫酸标准滴定溶液的体积,计算对羟基苯甲酸乙酯的含量。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 氢氧化钠溶液:40 g/L;

4.4.2.2 缓冲溶液:25℃时,pH 为 4.01 和 6.86 的缓冲溶液,按 GB/T 9724—1988 中的 4.3 和 4.4 配制;

4.4.2.3 硫酸标准滴定溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/L}$ 。

4.4.3 仪器

pH 酸度计;精度为 0.1 pH 单位。

4.4.4 分析步骤

4.4.4.1 按 GB/T 9724 进行酸度计调试。

4.4.4.2 称取约 2 g 在 $80^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 干燥 2 h 后的试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 的碘量瓶中,准确加入 40 mL 氢氧化钠溶液,缓缓加热至沸,回流 1 h,冷却至室温,定量转移至烧杯中,移到事先用

pH=6.86缓冲溶液调好的pH酸度计上,用硫酸标准滴定溶液滴定至pH为6.50,并稳定30s,即为终点。

4.4.4.3 在测定的同时,按与测定相同的步骤,对不加试料而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

4.4.5 结果计算

对羟基苯甲酸乙酯($C_9H_{10}O_5$)的质量分数 w_1 ,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{[(V_1 - V_2)/1\ 000]cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_1 ——空白试验消耗硫酸标准滴定溶液(4.4.2.3)的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——试料消耗硫酸标准滴定溶液(4.4.2.3)的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——对羟基苯甲酸乙酯的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=166.2$)。

取两次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%。

4.5 熔点的测定

4.5.1 毛细管法(仲裁法)

按GB/T 617的规定进行。以终熔温度作为测定结果。取两次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0.3℃。

4.5.2 数字熔点仪法

4.5.2.1 仪器

数字熔点仪:控温精度为 $\pm 0.5^\circ\text{C}$;

4.5.2.2 分析步骤

按熔点仪的操作说明书进行调节、校正熔点仪。调节仪器温度至 112°C 。将烘干的试样研细装入洁净干燥的熔点管中,取长约800mm的干燥空心玻璃管直立于玻璃或瓷板上,将装有试样的熔点管在其中投落15次以上,直到熔点管上样品紧缩至3mm~5mm高或适当高度,待仪器的温度稳定后,将装有试样的熔点管插入进样孔,调节零点,以 $1^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率升温,数分钟后仪器显示试样的初熔和终熔温度,以终熔温度作为测定结果。

取两次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0.5℃。

4.6 游离酸含量的测定

4.6.1 试剂

4.6.1.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$;

4.6.1.2 甲基红指示液:1g/L。

4.6.2 分析步骤

称取0.75g实验室样品,精确至0.01g,置于15mL约 80°C 热水中加热1min,冷却,过滤,取10mL滤液,加2滴甲基红指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至黄色,稳定30s即为终点,消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积不得超过0.20mL。

4.7 硫酸盐含量的测定

4.7.1 试剂

4.7.1.1 盐酸溶液:1+3;

4.7.1.2 氯化钡溶液:250g/L;

4.7.1.3 硫酸盐(SO_4)标准溶液:0.1mg/mL。

4.7.2 分析步骤

称取1.0g实验室样品,精确至0.01g,加100mL热水,充分振摇混合,加热5min,冷却,加水至

100 mL, 过滤, 取滤液 40 mL 于 50 mL 比色管中, 加 5 mL 盐酸溶液及 3 mL 氯化钡溶液, 摇匀, 放置 10 min, 所呈浊度不得大于标准。

标准是取 0.96 mL 硫酸盐(SO₄)标准溶液于 50 mL 比色管中, 与 40 mL 试样滤液同时同样处理。

4.8 干燥减量的测定

4.8.1 分析步骤

称取 2 g 实验室样品, 精确至 0.000 2 g, 置于已预先于 80℃ ± 2℃ 干燥至质量恒定的直径 45 mm 高 25 mm 的称量瓶中, 分布均匀, 于 80℃ ± 2℃ 干燥 2 h, 取出, 冷却至室温, 称量。

4.8.2 结果计算

干燥减量的质量分数 w_2 , 数值以 % 表示, 按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m ——干燥前试料质量的数值, 单位为克(g);

m_1 ——干燥后试料质量的数值, 单位为克(g)。

取两次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 0.05%。

4.9 灼烧残渣的测定

按 GB/T 9741 的规定进行。测定时, 称取 5 g 实验室样品, 精确至 0.000 2 g。灼烧温度为 500℃ ± 50℃。

取两次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 0.01%。

4.10 砷含量的测定

按 GB/T 5009.76 中规定的砷斑法进行。测定时称取 1.0 g 实验室样品, 精确至 0.01 g, 置于锥形瓶中, 加 5 mL 硫酸及几粒玻璃珠, 于可调电炉上加热, 直至开始炭化, 冷却, 慢慢加 30% (质量分数) 的过氧化氢直至消化液澄清无色, 再加热至发白烟, 冷却, 小心加入 10 mL 水, 继续加热至产生白烟, 冷却, 小心加水将试验溶液洗入测砷瓶中进行测定。

取 1.00 mL 砷(As)标准溶液(相当于 0.001 mg As), 加入 6 mL 硫酸溶液(1+1), 加 35 mL 水, 制备限量标准液。

4.11 重金属含量的测定

4.11.1 试剂

4.11.1.1 硫化钠溶液: 称取硫化钠 5 g, 精确至 0.01 g, 用水 10 mL 和丙三醇(甘油)30 mL 混合溶解。此溶液使用期限为两周;

4.11.1.2 乙酸溶液: 1→20;

4.11.1.3 铅(Pb)标准溶液: 10 μg/mL。

4.11.2 分析步骤

称取 2.0 g 实验室样品, 精确至 0.001 g, 于 50 mL 比色管中, 加 25 mL 丙酮溶解, 加 2 mL 乙酸溶液, 用水稀释至 50 mL, 加 2 滴硫化钠溶液, 摇匀, 于暗处放置 10 min, 所呈颜色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液是吸取 2.00 mL 铅(Pb)标准溶液, 与试样同时同样处理。

5 检验规则

5.1 检验分为出厂检验和型式检验。

5.1.1 型式检验项目为表 1 技术要求中规定的全部项目, 在正常生产情况下, 每两周至少进行一次型式检验。有下列情况之一时, 也应进行型式检验。

- a) 更新关键生产工艺;
- b) 主要原料有变化;

- c) 停产又恢复生产;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异;
- e) 合同规定。

5.1.2 出厂检验项目为对羟基苯甲酸乙酯含量、熔点、游离酸含量、硫酸盐含量、干燥减量,应逐批进行检验。

5.2 以每一班产品为一个批号,或多班经混合均匀后为一个批号。

5.3 采样按 GB/T 6678 和 GB/T 6679 执行,将所采的样品充分混合后,以四分法缩分至不少于200 g,分别装入两个干燥密闭的样品袋中,粘贴标签注明生产厂名称、产品名称、批号或生产日期、采样日期和采样者姓名。一袋供检验用,一袋密封保存备查。

5.4 食品添加剂对羟基苯甲酸乙酯应由生产厂的质量检验部门进行检验,生产厂应保证出厂的产品均符合本标准要求。每批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书,其内容包括产品名称、生产厂名称、厂址、批号或生产日期及本标准编号。

5.5 如果检验结果有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装袋中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准要求,则整批产品为不合格。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 标志

包装容器上应有牢固明显的标志,内容包括生产厂名称、厂址、商标、“食品添加剂”字样、产品标准编号、卫生许可证号、批号或生产日期、净质量和保质期。并应有符合 GB/T 191 规定的“怕雨”、“怕晒”、“向上”、“堆码层数极限”标志。

6.2 包装

食品添加剂对羟基苯甲酸乙酯应包装于食品用聚乙烯塑料袋中,每袋净质量 1 kg,每 20 袋为一大包装,或根据用户要求进行包装。

6.3 运输和贮存

食品添加剂对羟基苯甲酸乙酯应贮存于干燥、通风、清洁的仓库内。运输过程中不得与有害有毒物质同车装运,并应轻卸,防止重压,防止日晒雨淋。

6.4 保质期

在符合本标准包装、运输和贮存条件下,食品添加剂对羟基苯甲酸乙酯自生产之日起,保质期为三年。逾期可重新检验,检验结果符合本标准要求时,仍可继续使用。