

中华人民共和国国家标准

GB 6783—2013

食品安全国家标准 食品添加剂 明胶

2013-11-29 发布

2014-06-01 实施

前 言

本标准代替 GB 6783—1994《食品添加剂 明胶》。 本标准与 GB 6783—1994 相比主要变化如下:

- ——修改了标准名称;
- ——删除了对明胶的分类,统一了明胶的指标要求;
- ——删除了勃氏黏度、pH、等离子点、重金属的指标要求;
- ——修改了透明度,更名为透射比,并修订了检测方法;
- ——增加了过氧化物、铅的指标要求;
- ——修改了砷、铬、二氧化硫的检测方法;
- ——删除了对检验规则、标志、包装、运输的要求。

食品安全国家标准 食品添加剂 明胶

1 范围

本标准适用于以动物的骨、皮、筋、腱和鳞等为原料经适度水解所制得的食品添加剂明胶。

2 要求

2.1 原料要求

2.1.1 可以使用的原料:

- a) 屠宰场、肉联厂、罐头厂、菜市场等提供的经检疫合格的新鲜牛、猪、羊和鱼等动物的皮、骨、筋、腱和鳞等;
- b) 制革鞣制工艺前,剪切下的带毛边皮或剖下的内层皮;
- c) 骨粒加工厂加工的清洁骨粒和自然风干的骨料。

2.1.2 禁止使用的原料:

- a) 制革厂鞣制后的任何废料;
- b) 无检验检疫合格证明的牛、猪、羊或鱼等动物的皮、骨、筋、腱和鳞等;
- c) 经有害物处理过或使用苯等有机溶剂进行脱脂的动物的皮、骨、筋、腱和鳞等。

2.2 感官要求

感官要求应符合表1规定。

表 1 感官要求

项目	要求	检验方法	
色泽	淡黄色至黄色	取适量样品置于洁净透明的玻璃器皿中,在自然	
状态	固体状(如颗粒、片状、粉末等)	光线下,观察其色泽和状态	
气味	无不适气味	配制明胶溶液(2.5%),嗅其味	

2.3 理化指标

理化要求应符合表2的规定。

表 2 理化指标

	项 目			指标要求	检验方法
水分, w/%			M	14.0	GB 5009.3 直接干燥法 a
凝冻强度 (6.6	7%) /(Bloom g)		\	50	附录 A 中 A.4
灰分, w/%			\forall	2.0	GB 5009.4 ^b
透射比/%	波长/nm	450	\mathbb{N}	30	附录 A 中 A.5
		620	\	50	

表 2 (续)

项 目		指标要求	检验方法
水不溶物,w/%	\mathbb{W}	0.2	附录 A 中 A.6
二氧化硫/(mg/kg)	\forall	30	附录 A 中 A.7
过氧化物/(mg/kg)	\forall	10	附录 A 中 A.8
总砷(As)/(mg/kg)	\forall	1.0	GB/T 5009.11
铬(Cr)/(mg/kg)	<i>\\</i>	2.0	GB/T 5009.123 原子吸收石墨炉法 ^c 或附录 A 中 A.9
铅(Pb)/(mg/kg)	\leqslant	1.5	GB 5009.12 石墨炉原子吸收光谱法

^a称样量为 1.0 g,精确至 0.001 g,干燥温度为 105 ℃±2 ℃。

2.4 微生物指标

微生物指标应符合表3的规定。

表3 微生物指标

项目	指标要求	检验方法
菌落总数/(CFU/g) ≤	10000	GB 4789.2
沙门氏菌	不得检出	GB 4789.4
大肠菌群/ (MPN/g) <	3	GB 4789.3 MPN 计数法

^b 称样量为 1 g±0.1 g,精确至 0.001g。

[°] 为仲裁法。

附录 A

检验方法

A.1 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和GB/T 6682中规定的水。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。本试验所用溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

A. 2 试样溶液的配制

称取一定量的试样,精确到 $0.1\,g$,放入干燥洁净的容器中,按所需质量浓度加入一定量的水,在室温下放置 $2\,h$,使其充分吸水膨胀,然后将容器置于 $65\,^{\circ}$ C $\pm 1\,^{\circ}$ C 的水浴中,在 $20\,min\pm 5\,min$ 内缓慢搅拌溶解成为均匀的液体。

A.3 鉴别试验

- **A.** 3. 1 在冻力瓶中配制试样溶液(6.67 %)120 mL,冷却至约30 ℃,加盖,在10 ℃±0.1 ℃低温槽内冷却16 h~18 h,样品应呈凝胶状,加热后可再次形成溶液。
- A. 3. 2 取试样约0.5 g, 加水50 mL, 加热使溶解后, 取溶液5 mL, 加重铬酸钾试液(称取7.5g重铬酸钾, 配制成100mL溶液)4份与稀盐酸(量取234mL浓盐酸稀释至1000mL)1份的混合液数滴,即生成橘黄色絮状沉淀。取上述鉴别试验中剩余的溶液1 mL, 加水100 mL, 摇匀后, 加鞣酸试液数滴, 即发生浑浊。

A. 4 凝冻强度的测定

A. 4. 1 原理

在规定的条件下,向直径为 12.7 mm 的圆柱内压入含 6.67 %明胶溶液的胶冻表面以下 4 mm 时,所施加的力代表凝冻强度,以 Bloom g 为单位。

A. 4. 2 仪器和设备

- A. 4. 2. 1 冻力仪:组织分析仪或冻力测试仪。
- A. 4. 2. 2 圆柱: 直径12.700 mm±0.013 mm。
- A. 4. 2. 4 恒温槽: 可控制温度为10 ℃±0.1 ℃。
- A. 4. 2. 5 水浴锅: 可控制水浴温度为65 ℃±1 ℃。
- A. 4. 2. 6 锥形瓶: 250 mL。

A. 4. 3 分析步骤

在冻力瓶中配制6.67%试样溶液120 mL,加盖,在10 °C ±0.1 °C 低温槽内冷却16 h~18 h。将冻力瓶从恒温水槽中取出,迅速放在冻力仪圆台上。冻力仪"深度"选择4 mm,"速度"选择0.5 mm/s或1 mm/s,测定凝冻强度,样品测试需在2 min内完成。

A. 4. 4 结果计算

直接从冻力仪中读出测定的凝冻强度数值,单位以Bloom g表示。结果取整数,取平行测定结果的 算术平均值为测定结果。重复性条件下获得的两次独立结果的绝对差值不得超过10 Bloom g。

A. 5 透射比的测定

A. 5. 1 原理

在 45 ℃下,用分光光度法来测定明胶溶液(6.67 %)在波长 450 nm 和 620 nm 下的透射比。

A. 5. 2 仪器和设备

- A. 5. 2. 1 可见光分光光度计。
- A. 5. 2. 2 天平: 感量 0.1 g。

A. 5. 3 分析步骤

- A. 5. 3. 1 配制试样溶液 (6.67 %), 并恒温至 48 ℃。
- A. 5. 3. 2 将分光光度计波长调节到 450 nm。
- A. 5. 3. 3 以水作基准校准仪器。
- A. 5. 3. 4 将溶液倒入 10 mm 比色皿中, 在 45 ℃下, 测定试样溶液的透射比。
- A. 5. 3. 5 将波长调节至 620 nm, 并重复 A.5.3.3~A.5.3.4 操作。

A. 5. 4 结果计算

直接用二个波长的透射百分比(%)来表示。结果保留整数位。取平行测定结果的算术平均值为测定结果。在重复性条件下获得的两次独立结果的绝对差值应不大于1%。

A. 6 水不溶物的测定

A. 6.1 原理

用玻璃坩埚过滤明胶溶液而得出不溶物的量。

A. 6. 2 仪器和设备

砂芯玻璃坩埚: G3。

A. 6. 3 分析步骤

- A. 6. 3. 1 将玻璃坩埚在 105 ℃~110 ℃烘干, 烘至恒重。
- A. 6. 3. 2 称取试样 $10 \text{ g} \pm 1 \text{ g}$,精确到 0.1 g,倒入烧杯中,加 500 mL 水,室温下放置 2 h,然后放入 $65 \text{ C} \pm 1 \text{ C}$ 的水浴中溶解,溶解时间最长不大于 0.5 h。
- A. 6. 3. 3 将试样溶液用抽滤法通过玻璃坩埚。
- A. 6. 3. 4 用热水洗玻璃坩埚上残渣 3 次。
- A. 6. 3. 5 将玻璃坩埚置于 105 °C~110 °C干燥箱里烘干。
- A. 6. 3. 6 从干燥箱中取出玻璃坩埚,置于干燥器中冷却至室温。
- A. 6. 3. 7 取出玻璃坩埚称重。
- A. 6. 3. 8 重复 A.6.3.5~ A.6.3.7 操作,直至恒重。

A. 6. 4 结果计算

试样中水不溶物的质量分数 w_1 (%), 按公式 (A.1) 计算。

$$w_1 = \frac{m_1 - m_0}{m_2} \times 100\%$$
(A.1)

式中:

 m_0 ——玻璃坩埚的质量,单位为克 (g);

 m_1 ——玻璃坩埚与残渣的质量,单位为克 (g);

 m_2 ——试样的质量,单位为克 (g)。

计算结果表示到小数点后两位。取平行测定结果的算术平均值为测定结果。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不超过 0.02 %。

A. 7 二氧化硫的测定

A. 7. 1 原理

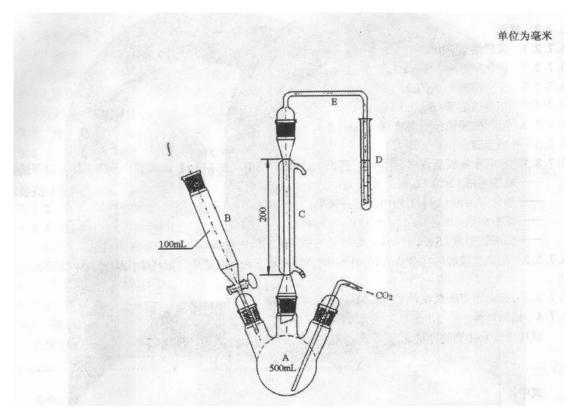
将明胶中的亚硫酸盐转变成硫酸,用碱滴定,通过所消耗的碱量计算出二氧化硫含量。

A. 7. 2 试剂和材料

- A. 7. 2. 1 过氧化氢溶液: 3%。
- A. 7. 2. 2 溴酚蓝乙醇溶液: 1 g/L。将溴酚蓝溶于体积分数 20 %的乙醇中。
- A. 7. 2. 3 氢氧化钠标准滴定溶液: c (NaOH) = 0.01 mol/L。
- A. 7. 2. 4 盐酸溶液: 2 mol/L。

A. 7. 3 仪器和设备

二氧化硫测定装置见图 A.1。



- A----圆底烧瓶;
- B——分液漏斗;
- C---冷凝管:
- D-----试管;
- E----导管。

图A.1 二氧化硫测定装置

A. 7. 4 分析步骤

- A. 7. 4. 1 在烧瓶(A)中加入 150 mL 水,并在整个系统中通入二氧化碳气体(纯度不低于 99%),持续 15 min,流速为 100 mL/min。
- A. 7. 4. 2 在过氧化氢溶液 10 mL 中加入溴酚蓝-乙醇溶液 0.15 mL, 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定直至出现蓝紫色,不能滴过,并将此溶液加入到试管中(D)。
- A. 7. 4. 3 在不影响二氧化碳气流的情况下取下分液漏斗(B),往烧瓶中加入试样 25.0g 和水 100 mL。
- A. 7. 4. 4 通过分液漏斗,往烧瓶中加入盐酸溶液 80 mL,煮沸 1 h。
- A. 7. 4. 5 打开分液漏斗活塞, 停止通入二氧化碳气体, 并停止加热和冷凝水。
- A. 7. 4. 6 在试管中加入少量水,并将试管内溶液移至 200 mL 的广口锥形烧瓶中,然后将其在 60 $^{\circ}$ $^{\circ$
- A. 7. 4. 7 加入溴酚蓝-乙醇溶液 0.1 mL,然后用氢氧化钠标准溶液滴定,直至颜色由黄色变为蓝紫色 (消耗体积为 V_1)。
- A. 7. 4. 8 进行一次空白滴定 (消耗体积为 V_0)。

A. 7. 5 结果计算

试样中二氧化硫的含量的质量分数 w_2 ,数值以(mg/kg)表示,按公式(A.2)计算。

式中:

64.060——二氧化硫(SO_2)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(SO_2)=64.060$];

103——换算系数;

0.5——换算系数;

 V_I ——消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升 (mL);

 V_0 ——空白消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升 (mL);

c——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升 (mol/L);

m——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果取整数。取平行测定结果的算术平均值为测定结果。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不超过 1 mg/kg。

A. 8 过氧化物的测定

A. 8. 1 原理

采用碘量法,利用 I 的还原性测定氧化性物质。在被测的物质中,如果存在氧化性物质,加入过量的碘化钾,然后用硫代硫酸钠标准溶液滴定析出的碘。

A. 8. 2 试剂和材料

- A. 8. 2. 1 硫酸溶液: 20%。
- A. 8. 2. 2 碘化钾溶液: 20 g/L。
- A. 8. 2. 3 淀粉溶液: 10 g/L。
- A. 8. 2. 4 钼酸铵溶液: 5 g/L。
- A. 8. 2. 5 硫代硫酸钠标准滴定溶液: 0.01 mol/L。

A. 8. 3 分析步骤

- A. 8. 3. 1 称取试样 10 g 于 250 mL 锥形瓶中,加 140 mL 水,膨胀 2 h,在 50 °C的水浴中尽快地溶解,轻轻地搅拌以免产生气泡,迅速冷却至 30 °C,并依次加入以下试剂:
 - a) 硫酸溶液 6 mL, 并摇匀:
 - b) 碘化钾溶液 10 mL, 并摇匀;
 - c) 淀粉溶液 2 mL~3 mL, 并摇匀;
 - d) 钼酸铵溶液 1 mL, 彻底摇匀后置放在黑暗处 10 min。
- A. 8. 3. 2 用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液蓝色消退,消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积为 V_1 。
- A. 8. 3. 3 按 A.8.3.1、A.8.3.2 做试样空白试验。

A. 8. 4 结果计算

试样中过氧化物的质量分数 w_3 ,数值以(mg/kg)表示,按式(A.3)计算。

式中:

34——过氧化氢(H_2O_2)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(H_2O_2)=34$];

- 103——换算系数;
- 0.5——换算系数;
- V_r ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升 (mL):
- V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升 (mL);
- c——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度,单位为摩尔每升 (mol/L);
- m——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果取整数。取平行测定结果的算术平均值为测定结果。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不超过1 mg/kg。

A. 9 铬(Cr)的测定

A. 9. 1 原理

采用二苯碳酰二肼(二苯氨基脲)比色法。二苯碳酰二肼(二苯氨基脲)与铬生成红色络合物,于 540 nm 处测定吸光度,吸光度值与铬的浓度符合朗勃-比尔定律。

A. 9. 2 仪器和设备

- A. 9. 2. 1 721 型可见分光光度计或能达到同等要求的可见分光光度计。
- A. 9. 2. 2 高温炉。

A. 9. 3 试剂和材料

- A. 9. 3. 1 高锰酸钾溶液 (5 g/L): 称取 0.5 g 高锰酸钾,溶解并稀释至 100 mL,贮存于棕色瓶中。
- A. 9. 3. 2 尿素溶液(100 g/L): 称取 10 g 尿素,溶解并稀释至 100 mL,贮存于棕色瓶中,置于暗冷处。
- A. 9. 3. 3 亚硝酸钠溶液(100 g/L): 称取 10 g 亚硝酸钠,溶解并稀释至 100 mL,贮存于棕色瓶中,置于暗处,或现用现配。
- A. 9. 3. 4 二苯碳酰二肼丙酮溶液: 称取 0.125g 二苯碳酰二肼,溶于由 25 mL 丙酮和 25 mL 水配成的混合液中,现用现配,放置于暗处。
- A. 9. 3. 5 焦磷酸钠溶液 (5 g/L): 称取 0.5 g 焦磷酸钠,溶解并稀释至 100 mL,贮存于试剂瓶中。
- A. 9. 3. 6 铬标准储备液(0.02 mg/mL): 准确称取 0.0566 g 重铬酸钾(优级纯,在玛瑙研钵中研细,并在 105 \mathbb{C} ~110 \mathbb{C} 干燥 3 h~4 h 后,置于干燥器中冷却),置于小烧杯中,用水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,加水至刻度。
- **A.** 9. 3. 7 硫酸溶液(1 mol/L): 量取 28 mL 硫酸,缓缓加入盛有一定量纯水的 500 mL 容量瓶中,再加水至刻度。

A. 9. 4 分析步骤

- A. 9. 4. 1 绘制标准工作曲线:移取铬标准溶液 0.00~mL、0.20~mL、0.40~mL、0.60~mL、1.00~mL、1.60~mL、2.00~mL、2.60~mL,相当于含铬 $0.0~\mu\text{g}$ 、 $4.0~\mu\text{g}$ 、 $8.0~\mu\text{g}$ 、 $12.0~\mu\text{g}$ 、 $20.0~\mu\text{g}$ 、 $32.0~\mu\text{g}$ 、 $40.0~\mu\text{g}$ 、 $52.0~\mu\text{g}$,分别置于烧杯中。各加入硫酸溶液 10~mL 及水 10~mL,加热煮沸,滴加高锰酸钾溶液至溶液不褪色,冷却,定量转移至 50~mL 容量瓶中,加入尿素溶液 10~mL,剧烈振摇下滴加亚硝酸钠溶液至溶液褪色。加入焦磷酸钠溶液 2.0~mL、二苯碳酰二肼 0.5~mL。用水定容,摇匀,放置 30~min 后,于波长 540~nm 处测定吸光度值,绘制出 c_{cr} - D_{540} 标准工作曲线。
- A. 9. 4. 2 样品预处理及测定:准确称取明胶 1.000 g 于坩埚中,缓慢升温,使之炭化,放冷。加浓硝酸数滴,慢慢加热,气体停止逸出时,移入高温炉中,于600 ℃下灼烧至所有黑色颗粒消失(2 h),

取出待冷却后加硫酸溶液 10 mL 和水 20 mL 使残渣溶解,在水浴上加热 5 min。滴加高锰酸钾溶液煮沸,溶液紫红色消失时再滴加高锰酸钾溶液煮沸,如此反复直至紫红色不褪为止,放冷、加尿素溶液 10 mL,剧烈振摇下滴加亚硝酸钠溶液,直至过量的高锰酸钾完全消除,溶液呈无色。如二氧化锰明显存在则过滤。定量转移至 50 mL 容量瓶中,加入焦磷酸钠溶液 2 mL、二苯碳酰二肼溶液 0.5 mL,用水定容,摇匀。放置 30 min。

A. 9. 4. 3 取 **A.** 9. 4. 2 中所得样品溶液,在 540 nm 波长处测定出吸光度值,即可由 c_{cr} - D_{540} 标准工作曲线计算得到试样的铬含量。

A. 9. 5 结果计算

由 c_{cr} - D_{540} 标准工作曲线计算得到铬含量,单位为毫克每千克 (mg/kg)。结果表示到小数点后一位。取平行测定结果的算术平均值为测定结果。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不超过 0.2~mg/kg。