

前 言

本标准主要是非等效采用美国食品用化学品法典(FCC IV—1996)来进行修订的,其中氮氮和 4-甲基咪唑指标略优于国外标准,设项和指标主要参照 FCC IV—1996 标准。

本标准在 GB 8817—1988《食品添加剂 焦糖色》(氨法)、QB 1412—1991《食品添加剂 焦糖色素(亚硫酸铵法)》和 QB 2392—1998《食品添加剂 焦糖色(亚硫酸铵法和普通法)》基础上进行了修改。并按 FCC IV —1996 标准要求新增了总氮、总硫、汞含量指标,使本标准更具监控性及实用性。

本标准自实施之日起,同时代替 GB 8817—1988、QB 1412—1991 和 QB 2392—1998。

本标准由国家轻工业局提出。

本标准由全国食品发酵标准化中心归口。

本标准起草单位:重庆天府可乐渝龙食品饮料有限公司、中国食品发酵工业研究所、上海爱普食品工业有限公司、浙江瑞安康威制药有限公司、重庆黑马食品添加剂公司、大连红源食品有限公司。

本标准主要起草人:彭钢、谭继荣、郑九芳、霍秀岩、戈弋、张亚琴、叶天保。

中华人民共和国国家标准

食品添加剂 焦糖色 (亚硫酸铵法、氨法、普通法)

GB 8817—2001

Food additive—Caramel
(Sulfite ammonia caramel, ammonia
caramel, plain caramel)

代替 GB 8817—1988

1 范围

本标准规定了采用亚硫酸铵法、氨法、普通法制成的液体和粉状焦糖色的技术要求、试验方法、检验规则以及包装、标志、贮存、运输的各项要求。

本标准适用于以蔗糖、淀粉糖浆、木糖母液等为原料,采用亚硫酸铵法、氨法、普通法制成的液状、粉状焦糖色,在食品中用作着色剂。

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为本标准的条文。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 602—1988 化学试剂杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 5009.5—1985 食品中蛋白质的测定方法
- GB/T 5009.17—1996 食品中总汞的测定方法
- GB/T 5009.34—1996 食品中亚硫酸盐的测定方法
- GB/T 8449—1987 食品添加剂中铅的测定方法
- GB/T 8450—1987 食品添加剂中砷的测定方法
- GB/T 8451—1987 食品添加剂中重金属限量试验法

3 要求

3.1 感官指标

- 3.1.1 色泽和外观形状:黑褐色,稠状液体或粉粒状。
- 3.1.2 气味:具有焦糖色素的焦香味,无异味。
- 3.1.3 本品经稀释后应澄明,无混浊和沉淀。

3.2 理化指标(见表1)

表 1

项 目	指 标	
	固体	液体
吸光度, $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (610 nm)	0.05~0.6	0.05~0.6
干燥失重, %	≤ 5	—

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 2001-08-06 批准

2002-02-01 实施

表 1 (完)

项 目	指 标	
	固体	液体
氨氮* (以 NH ₃ 计), %	≤ 0.50	0.50
二氧化硫* (以 SO ₂ 计), %	≤ 0.1	0.1
4-甲基咪唑*, %	≤ 0.02	0.02
砷(以 As 计), mg/kg	≤ 1.0	1.0
铅(以 Pb 计), mg/kg	≤ 2.0	2.0
重金属(以 Pb 计), mg/kg	≤ 25.0	25.0
总氮* (以 N 计), %	≤ 3.3	3.3
总汞(以 Hg 计), mg/kg	≤ 0.1	0.1
总硫* (以 S 计), %	≤ 3.5	3.5

注: 带*项目的指标值是吸光度为 0.10 个吸收单位时的指标值(当色度不等于 0.10 时, 需将各有关指标测定结果进行折算后, 再与本表比较、判定); 普通法生产的焦糖色不检测氨氮和 4-甲基咪唑。

4 试验方法

试验中所用试剂和仪器设备除特别注明外, 均采用分析纯试剂、蒸馏水或去离子水及实验室常用仪器设备。

4.1 感官检验

4.1.1 色泽和外观形态

将样品(液状、粉状)分别吸入或倒入无色玻璃烧杯中, 观察其色泽和外观形状。

4.1.2 气味

将样品稀释成 5 g/L~20 g/L 的水溶液, 嗅其气味。

4.1.3 澄明度

将样品稀释成 2 g/L~4 g/L 的水溶液, 置入 50 mL 比色管中。在明亮处由上到下观察。

4.2 吸光度的测定

称取样品 0.5 g(精确至 0.002 g)。用水定容于 500 mL 容量瓶中, 用 1 cm 比色皿, 在 610 nm 处用分光光度计测定其吸光度。

4.3 干燥失重的测定

4.3.1 测定方法

用已恒重过的称量瓶称取样品 2 g(准确至 0.000 2 g), 于 105℃ 干燥 2 h, 冷却, 称重。

4.3.2 分析结果的表述

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: X_1 ——干燥失重, %;

m_1 ——烘干前称量瓶和样品的质量, g;

m_2 ——烘干后称量瓶和样品的质量, g;

m ——样品质量, g。

4.4 氨氮的测定

4.4.1 试剂和溶液

4.4.1.1 硼酸(GB/T 628): 2% 溶液。

4.4.1.2 甲基红-溴甲酚绿混合指示液:5份0.2%溴甲酚绿乙醇溶液与1份0.2%甲基红乙醇溶液混合。

4.4.1.3 氧化镁(HGB 1294)。

4.4.1.4 盐酸(GB/T 622)0.1 mol/L溶液,按GB/T 602配制和标定。

4.4.2 测定方法

称取样品5g(精确至0.01g)置于500 mL蒸馏瓶中,加氧化镁2g、水200 mL,以直接火蒸馏,蒸馏液吸收于加有混合指示液5滴的5 mL 2%硼酸溶液中,至蒸馏液约100 mL时,停止蒸馏,蒸馏液以0.1 mol/L盐酸滴定至灰红色。

4.4.3 分析结果的表述

$$X_2 = \frac{V \times c \times 0.017}{m} \times 100 \times 0.1/A_{610} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: X_2 ——氨氮,以 NH_3 计,%;

V ——消耗0.1 mol/L盐酸的体积,mL;

c ——盐酸标准液的浓度,mol/L;

0.017——与1.00 mL 1.000 mol/L的盐酸溶液相当的氨的克数,g;

m ——称取样品的质量,g;

A_{610} ——样品在610 nm处的吸光度;

$0.1/A_{610}$ ——折算成色度为0.1时的值。

4.5 二氧化硫的测定

按GB/T 5009.34测定。

4.6 4-甲基咪唑的测定(薄层法)

4.6.1 试剂与溶液

4.6.1.1 三氯甲烷-无水乙醇混合溶液(8:2)。

4.6.1.2 碳酸钠(HG B1293),10%溶液。

4.6.1.3 硫酸(GB/T 625),0.05 mol/L溶液。

4.6.1.4 硅胶(GF 254)(薄层层析用)。

4.6.1.5 碳酸氢钠(GB/T 640)。

4.6.1.6 碳酸氢钠(GB/T 640),8%溶液。

4.6.1.7 展开剂[乙醚-三氯甲烷-甲醇(8:2:2)]。

4.6.1.8 显色剂

A:0.5%对氨基苯磺酸的2%盐酸溶液;

B:0.5%亚硝酸钠溶液。

A与B临用前等量混合。

4.6.1.9 4-甲基咪唑标准溶液

称取样品4-甲基咪唑(精确至0.1000g)置于100 mL容量瓶中,加95%乙醇定容至刻度,此液每1 mL相当于1.0 mg 4-甲基咪唑。

临用前再用95%乙醇稀释成每1 mL相当于0.1 mg的4-甲基咪唑标准液。

4.6.2 方法步骤

4.6.2.1 提取

称取样品5g(准确至0.01g)加15 mL水溶解,加10%碳酸钠15 mL,于250 mL分液漏斗中,加三氯甲烷-无水乙醇混合溶液80 mL,剧烈振摇4 min~5 min,待完全分层后,将三氯甲烷-无水乙醇提取液收集于250 mL具塞三角瓶中,上述水层再用三氯甲烷-无水乙醇混合溶液70 mL提取一次,合并提取液。提取液中加入0.05 mol/L硫酸20 mL,剧烈振摇60次,分取水层,此液于60℃~70℃水浴上浓

缩至 2 mL~3 mL, 缓缓加入碳酸氢钠细粉约 0.2 g, 使不产生气泡为止, 用乙醇定溶到 5 mL。

4.6.2.2 制板

称取硅胶(GF 254)3g, 加 80%碳酸氢钠溶液 1 mL, 蒸馏水 6 mL, 混匀涂于 125 mm×85 mm 薄板上, 在空气中自然干燥, 再放入烘箱 120℃干燥 2 min, 取出后放入干燥器备用。

4.6.2.3 点样

将 4-甲基咪唑标准液 10 μL、20 μL、30 μL 及样品稀释液 100 μL 分别点在薄板上。

将薄板在展开剂中展至溶剂前沿达 10 cm, 取出薄板, 吹干后用新配的显色剂进行喷雾, 在 5 min~10 min 内, 4-甲基咪唑的黄色斑点可达最深度, 并稳定数小时, 根据斑点大小和颜色的深浅与标准斑点比较, 确定样品中 4-甲基咪唑的含量。

4.6.3 分析结果的表述

$$X_3 = \frac{c}{m \times \frac{V_1}{V_2} \times 1000 \times 1000} \times 100 \times 0.1/A_{610} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: X_3 ——4-甲基咪唑的含量, %;

c ——样品斑点相当于标准斑点的量, μg;

m ——样品质量, g;

V_1 ——点样的体积, μL;

V_2 ——样品溶液的总体积, μL;

A_{610} ——样品在 610 nm 处的吸光度;

0.1/ A_{610} ——折算成色度为 0.1 时的含量。

4.7 砷的测定

按 GB/T 8450—1987 中经湿法消化以砷斑法测定。

4.8 铅的测定

按 GB/T 8449—1987 经湿法消化测定。

4.9 重金属的测定

按 GB/T 8451—1987 经湿法消化测定。

4.10 总氮的测定

按 GB/T 5009.5 测定。

4.11 总硫的测定

4.11.1 试剂和溶液

4.11.1.1 氧化镁(HGB 1294)。

4.11.1.2 硝酸镁[Mg(NO₃)₂·6H₂O](HG 3—1077)。

4.11.1.3 蔗糖(HG 3—1001)。

4.11.1.4 硝酸(GB/T 626)。

4.11.1.5 盐酸(1:1)(GB/T 622)。

4.11.1.6 10%氯化钡(GB/T 652)。

4.11.2 测定方法

选用与马弗炉相配的最大瓷坩埚(为防止反应飞溅), 加入 1 g~3 g 氧化镁(MgO)或等当量的硝酸镁[Mg(NO₃)₂·6H₂O]6.4 g~19.2 g, 1 g 蔗糖粉, 缓慢加入 50 mL 硝酸, 称取样品 5 g(精确至 0.01 g)(总硫含量≤2.5%的称取 5 g, 总硫含量>2.5%的称取 1 g)。在蒸汽浴中蒸发至糊状, 再在电炉上炭化至无烟, 然后放入马弗炉中, 升温至 525℃, 保持温度 4 h~5 h, 冷却。用 100 mL 水溶解样品, 用盐酸中和至 pH=7(用精密试纸), 再加 2 mL 盐酸, 将溶液过滤至烧杯中, 加热沸腾, 边搅拌, 边慢慢滴加 10%氯化钡(BaCl₂)20 mL 至热溶液中, 沸腾 5 min, 放置过夜。用无灰滤纸过滤, 把沉淀全部转移到滤纸上,

用热水充分洗涤滤纸及沉淀物。然后将滤纸及沉淀物放入已恒重过的坩埚中,在烘箱中 105℃ 保持 1 h,取出。用电炉加热,慢慢炭化至无。最后在马弗炉中 800℃ 灰化 1 h,冷却,称重。同样方法做一空白试验。

4.11.3 分析结果的表述

$$X_4 = (W_s - W_B) / S \times 0.137 \times 100 \times 0.1 / A_{610} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: X_4 ——总硫的含量, %;

W_s ——硫酸钡灼烧后的残余量, g;

W_B ——空白试验的质量, g;

S ——样品的质量, g;

0.137——硫酸钡换算成硫的系数;

A_{610} ——样品在 610 nm 处的吸光度;

0.1/ A_{610} ——折算成色度为 0.1 时总硫的含量。

4.12 总汞的测定

按 GB/T 5009.17 测定。

5 检验规则

5.1 同一设备、同一班次生产的包装完好的同一品种产品为一批。

5.2 在每批产品中随机抽取样品,液状为每次产品中按件或桶数的 5% 选取小样(最少不得少于 3 件或 3 桶)。每件(或桶)抽取样品不少于 500 mL,粉状为 2 袋,每袋抽取的样品不得少于 250 g,将抽取试样迅速混合均匀,分别装于两只清洁、干燥的大口瓶中,贴上标签,注明厂家名称、批量及取样日期。一份送化验室检测、一份保存备查。

5.3 干燥失重(固体)、吸光度为必检项目。砷、铅、重金属、氨氮、二氧化硫、4-甲基咪唑、总氮、总硫为型式抽检项目。

5.4 如检验中有一项指标不符合本指标时,应重新抽取双倍数量同批产品进行复验。如复验结果仍有一项不符合本标准时,则该批产品判为不合格。

5.5 如供需双方对产品质量发生异议时,可由双方协商,选定有关法定仲裁部门按本标准有关规定进行。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志

产品的包装上应牢固标明产品名称、生产厂名、厂址、商标、型号、采用标准号、生产日期、净含量、贮存期、生产许可证、批号等。并标明“食品添加剂”字样。

6.2 包装

应采用符合食品卫生标准的包装材料制成的塑料包装,液体规格为 2、10、20、30 kg,粉状规格为 0.5、1、2.5、10 kg,或按需方要求规格包装。封口要求严密,液状、粉状均以瓦楞纸为外包装。

6.3 贮存

产品应堆放在通风、清洁、干燥的地方,不得与有毒、有害、有腐蚀性等物质混存。

6.4 运输

运输时避免与有害、有毒及污染物质一起混合载运。防止重压、碰撞、雨淋、曝晒等。

6.5 保质期

自生产之日起,在符合上述包装、贮存、运输的条件,原包装完好的情况下,保质期为 12 个月。