



中华人民共和国国家标准

GB 17511.2—2008
代替 GB 17511.2—1998

食品添加剂 诱惑红铝色淀

Food additive—Allura red aluminum lake

2008-06-25 发布

2009-01-01 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

本标准的 4.2, 7.1 为强制性, 其余为推荐性。

本标准与日本《食品添加物公定书》第七版(1999)(食用赤色 40 号铝色淀)一致性程度为非等效。

本标准代替 GB 17511.2—1998《食品添加剂 诱惑红铝色淀》。

本标准与 GB 17511.2—1998 相比, 主要变化如下:

- 含量指标项目由原标准的以色酸计修改为以钠盐计, 与日本《食品添加物公定书》第七版(1999)(食用赤色 40 号铝色淀)的指标项目一致(1998 版的 3.2, 本版的 4.2);
- 分光光度比色法平行测定的允许差由 2% 修改为 1.0%(1998 版的 4.3.2.8, 本版的 5.3.2.8);
- 将未磺化芳族伯胺(以苯胺计)总含量的测定方法由液相色谱法修改为化学分析法(1998 版的 4.13, 本版的 5.12);
- 取消了氯化物(以 NaCl 计)及硫酸盐(以 Na_2SO_4 计)指标项目, 与日本《食品添加物公定书》第七版(1999)(食用赤色 40 号铝色淀)的指标项目一致;
- 重金属(以 Pb 计)含量的测定修改为“湿法消解”处理试样(1998 版的 4.15, 本版的 5.14);
- 钡(以 Ba 计)含量的测定修改为硫酸钡沉淀限量比色法(1998 版的 4.17, 本版的 5.16);
- 检验规则、标志、包装、运输、贮存等条款作了修改(1998 版的第 5 章、第 6 章, 本版的第 6 章、第 7 章)。

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会(SAC/TC 134)和全国食品添加剂标准化技术委员会(SAC/TC 11)归口。

本标准起草单位: 上海染料研究所有限公司、天津多福源实业有限公司、沈阳化工研究院。

本标准主要起草人: 金小敏、李子会、蒲爱军、叶英青、邓松培、刁雯蓉。

本标准于 1998 年首次发布。

食品添加剂 诱惑红铝色淀

1 范围

本标准规定了食品添加剂诱惑红铝色淀的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于由食品添加剂诱惑红和氢氧化铝作用生成的颜料色淀,本品可添加于食品、药品、化妆品中,作着色剂用。

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 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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 5009.76—2003 食品添加剂中砷含量的测定

GB/T 6682—2008 实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

GB 17511.1—2008 食品添加剂 诱惑红

3 分子式和相对分子质量

分子式: $C_{18}H_{14}N_2Na_2O_8S_2$

相对分子质量:496.42(按 2007 年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观

红色粉末。

4.2 技术要求

食品添加剂诱惑红铝色淀应符合表 1 规定。

表 1 食品添加剂诱惑红铝色淀的要求

项 目	指 标
诱惑红铝色淀(以钠盐计),w/%	≥ 10.0
干燥减量,w/%	≤ 30.0
盐酸和氨水中不溶物,w/%	≤ 0.5
低磺化副染料,w/%	≤ 1.0
高磺化副染料,w/%	≤ 1.0
6-羟基-5-[(2-甲氧基-5-甲基-4-磺基苯)偶氮]-8-(2-甲氧基-5-甲基-4-磺基苯氧基)-2-萘磺酸二钠盐,w/%	≤ 1.0
6-羟基-2-萘磺酸钠,w/%	≤ 0.3
4-氨基-5-甲氧基-2-甲基苯磺酸,w/%	≤ 0.2

表 1 (续)

项 目	指 标
6,6'-氧代-双(2-萘磺酸)二钠盐, $w/\%$	≤ 1.0
未磺化芳族伯胺(以苯胺计)总, $w/\%$	≤ 0.01
砷(以 As 计), $w/\%$	≤ 0.0003
重金属(以 Pb 计), $w/\%$	≤ 0.002
铅(以 Pb 计), $w/\%$	≤ 0.001
钡(以 Ba 计), $w/\%$	≤ 0.05

5 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 规定的三级水。试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制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 规定配制。

5.1 外观

在自然光线条件下用目视测定。

5.2 鉴别

5.2.1 试剂

- 5.2.1.1 硫酸;
- 5.2.1.2 硫酸溶液:1+19;
- 5.2.1.3 盐酸溶液:1+17;
- 5.2.1.4 氢氧化钠溶液:90 g/L;
- 5.2.1.5 乙酸铵溶液:1.5 g/L;
- 5.2.1.6 活性炭。

5.2.2 仪器

- 5.2.2.1 分光光度计;
- 5.2.2.2 比色皿:10 mm。

5.2.3 分析步骤

- 5.2.3.1 称取试样约 0.1 g。加硫酸 5 mL,在水浴中不时地摇动,加热约 5 min 时,溶液呈暗紫红色。冷却后,取上层澄清液(2~3)滴,加水 5 mL,溶液呈红色。
- 5.2.3.2 称取试样约 0.1 g。加硫酸溶液 5 mL,充分摇匀后,加乙酸铵溶液配至 100 mL,溶液不澄清时进行离心分离。然后取此液 1 mL~10 mL,加乙酸铵溶液配至 100 mL,使测定的吸光度在 0.2~0.7 范围内,此溶液的最大吸收波长为 (499 ± 2) nm。
- 5.2.3.3 称取试样约 0.1 g。加入盐酸溶液 10 mL,在水浴中加热,使大部分溶解。加活性炭 0.5 g,充分摇匀后过滤。取无色滤液,加氢氧化钠溶液中和后,呈现铝盐反应。

5.3 诱惑红铝色淀含量的测定

5.3.1 三氯化钛滴定法(仲裁法)

5.3.1.1 方法提要

在酸性介质中,染料中偶氮基被三氯化钛还原成隐色体,按三氯化钛标准滴定溶液的消耗量,计算其含量的质量分数。

5.3.1.2 试剂和材料

5.3.1.2.1 酒石酸氢钠。

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

5.3.1.2.3 钢瓶装二氧化碳。

5.3.1.3 仪器

见图 1。

5.3.1.4 分析步骤

称取一定量的试样(以使 0.1 mol/L 三氯化钛标准滴定溶液消耗量约 20 mL)，精确至 0.0002 g ，置于 500 mL 锥形瓶中，加入酒石酸氢钠 25 g 和新煮沸水 200 mL ，激烈振荡溶解后，按图 1 装好仪器，在液面下通入二氧化碳的同时，用三氯化钛标准滴定溶液滴定到其固有颜色消失为终点。

5.3.1.5 结果计算

诱惑红铝色淀(以钠盐计)含量的质量分数 w_1 ，数值以 % 表示，按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{(V/1\,000) \times c \times (M/4)}{m_1} \times 100 = \frac{V \times c \times 12.41}{m_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V ——滴定试样耗用的三氯化钛标准滴定溶液的体积，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)；

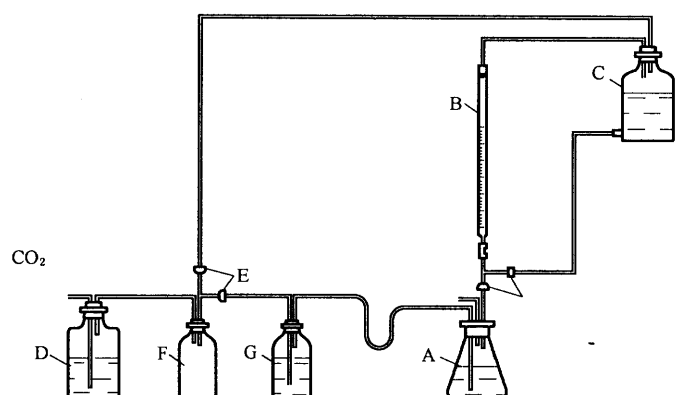
m_1 ——试样的质量，单位为克(g)；

M ——诱惑红铝色淀的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol) ($M=496.42$)。

计算结果表示到小数点后 1 位。

5.3.1.6 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 1.0% 。



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 100 g/L 碳酸铵和 100 g/L 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 1 三氯化钛滴定法的装置图

5.3.2 分光光度比色法

5.3.2.1 方法提要

将试样与已知含量的诱惑红标准样品分别用水溶解后，在最大吸收波长处，分别测其吸光度，然后计算其含量的质量分数。

5.3.2.2 试剂

5.3.2.2.1 酒石酸氢钠;

5.3.2.2.2 乙酸铵溶液:1.5 g/L;

5.3.2.2.3 诱惑红标准样品:含量(质量分数) $\geq 85.0\%$ (三氯化钛滴定法)。

5.3.2.3 仪器设备

5.3.2.3.1 分光光度计;

5.3.2.3.2 比色皿:10 mm。

5.3.2.4 诱惑红标准试验溶液的配制

称取约 0.5 g 诱惑红标准样品,精确到 0.000 2 g。溶于适量乙酸铵溶液中,移入 1 000 mL 容量瓶中,加乙酸铵溶液稀释至刻度,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。

5.3.2.5 诱惑红铝色淀试验溶液的配制

称取一定量的试样(以使试验溶液的吸光度在 0.2~0.7 范围内为准),精确至 0.000 2 g。加入适量乙酸铵溶液,加入酒石酸氢钠 2 g,加热至(80~90)℃,溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,用乙酸铵溶液稀释至刻度,摇匀。吸取 10 mL 移入 500 mL 容量瓶中,再用乙酸铵溶液稀释至刻度,摇匀。

5.3.2.6 分析步骤

将诱惑红标准试验溶液和诱惑红铝色淀试验溶液分别置于 10 mm 比色皿中,同在(499±2)nm 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。

5.3.2.7 结果计算

诱惑红铝色淀含量的质量分数 w_2 ,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{A}{A_s} \times w_s \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A ——诱惑红铝色淀试验溶液的吸光度;

A_s ——诱惑红标准试验溶液的吸光度;

w_s ——诱惑红标准样品含量的质量分数,用%表示。

计算结果表示到小数点后 1 位。

5.3.2.8 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 1.0%。

5.4 干燥减量的测定

按 GB 17511.1—2008 中 4.4 的规定进行。结果的允许差不大于 0.5%。

5.5 盐酸和氨水中不溶物含量的测定

5.5.1 试剂

5.5.1.1 盐酸;

5.5.1.2 盐酸溶液:1+17;

5.5.1.3 氨水溶液:4+96;

5.5.1.4 硝酸银溶液: $c(\text{AgNO}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.5.2 仪器设备

5.5.2.1 G4 玻璃砂芯坩埚;

5.5.2.2 恒温烘箱。

5.5.3 分析步骤

称取约 2 g 试样,精确至 0.001 g。置于 600 mL 烧杯中,加水 20 mL 和盐酸 20 mL,充分搅拌后加入热水 300 mL,搅拌,盖上表面皿,在(70~80)℃水浴中加热 30 min,冷却,用已在(135±2)℃烘至质量

恒定的玻璃砂芯坩埚过滤,用水约 30 mL 将烧杯中的不溶物冲洗到坩埚中,至洗液无色后,先用氨水溶液 100 mL 洗涤,后用盐酸溶液 10 mL 洗涤,再用水洗涤到洗涤液用硝酸银溶液检验无白色沉淀,然后在 $(135 \pm 2)^\circ\text{C}$ 恒温烘箱中烘至质量恒定。

5.5.4 结果计算

盐酸和氨水中不溶物的质量分数 w_3 ,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_2}{m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_3 ——试样质量,单位为克(g);

m_2 ——干燥后水不溶物的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后 2 位。

5.5.5 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%。

5.6 低磺化副染料含量的测定

5.6.1 试剂

5.6.1.1 甲醇;

5.6.1.2 硫酸溶液:1+99;

5.6.1.3 乙酸铵溶液:7.8 g/L。

5.6.2 仪器设备

5.6.2.1 液相色谱仪:输液泵——流量范围(0.1~5.0)mL/min,在此范围内其流量稳定性为 $\pm 1\%$;

检测器——多波长紫外分光检测器或具有同等性能的紫外分光检测器;

5.6.2.2 色谱柱:长为 150 mm,内径为 4.6 mm 的不锈钢柱,固定相为 C_{18} 、粒径 5 μm ;

5.6.2.3 数据处理机:色谱工作站或满量程(1~5)mV 记录器;

5.6.2.4 超声波发生器;

5.6.2.5 定量环:20 μL 。

5.6.3 色谱分析条件

同 GB 17511.1—2008 中 5.7.3。

5.6.4 试验溶液的配制

称取约 0.1 g 诱惑红铝色淀试样,精确至 0.000 2 g。加硫酸溶液 5 mL,充分摇匀后,用乙酸铵溶液定容至 100 mL。溶液混浊时,离心分离,此溶液作为试验溶液。

5.6.5 标准溶液的配制

称取置于真空干燥器中干燥 24 h 后的克力西丁磺酸偶氮 β -萘酚约 0.01 g,精确至 0.000 2 g。溶于 5 mL 甲醇,加乙酸铵溶液准确配至 100 mL。另外称取置于真空干燥器中干燥 24 h 后的克力西丁偶氮薛佛氏酸盐约 0.01 g,精确至 0.000 2 g,加乙酸铵溶液准确配至 100 mL。分别吸取上述溶液各 10 mL,并分别用乙酸铵溶液准确配至 100 mL,以此作为溶液 A 和溶液 B。然后再分别吸取 10.0 mL、5.0 mL、2.0 mL、1.0 mL 上述溶液 A 和溶液 B,分别用乙酸铵溶液准确配至 100 mL 作为系列标准溶液。

5.6.6 分析步骤

在以上给定测试条件下分别用微量注射器吸取试验溶液及标准溶液注入并充满定量环进行色谱检测,待最后一个组分流完,进行结果处理。测定各标准溶液物质的峰面积,绘制成标准曲线。测定试验溶液中克力西丁磺酸偶氮 β -萘酚和克力西丁偶氮薛佛氏酸盐的峰面积,根据上述标准曲线求出各自物质的含量,再求其合计值。

5.7 高磺化副染料含量的测定

5.7.1 试剂和材料

同 5.6.1。

5.7.2 仪器设备

同 5.6.2。

5.7.3 色谱分析条件

按 5.6.3 规定的测试条件。

5.7.4 试验溶液的配制

准确吸取 20 μL 按 5.6.4 配制的试验溶液作为试液。

5.7.5 标准溶液的配制

称取置于真空干燥器中干燥 24 h 后的克力西丁磺酸偶氮 G 盐和克力西丁磺酸偶氮 R 盐各约 0.01 g, 分别精确至 0.000 2 g。加乙酸铵溶液准确配至 100 mL, 分别准确吸取上述溶液各 10 mL, 并分别用乙酸铵溶液准确配至 100 mL, 以此作为溶液 A 和溶液 B。再分别吸取 10.0 mL、5.0 mL、2.0 mL、1.0 mL 上述溶液 A 和溶液 B, 分别用乙酸铵溶液定容至 100 mL 作为系列标准溶液。

5.7.6 分析步骤

在以上给定测试条件下分别用微量注射器吸取试验溶液及标准溶液注入并充满定量环进行色谱检测, 待最后一个组分流出完毕, 进行结果处理。测定各标准溶液物质的峰面积, 绘制成标准曲线。测定试验溶液中克力西丁磺酸偶氮 G 盐和克力西丁磺酸偶氮 R 盐的峰面积, 根据上述标准曲线求出各自物质的含量, 再求其合计值。

5.8 6-羟基-5-[(2-甲氧基-5-甲基-4-磺基苯)偶氮]-8-(2-甲氧基-5-甲基-4-磺基苯氧基)-2-萘磺酸钠盐含量的测定

5.8.1 试剂和材料

同 5.6.1。

5.8.2 仪器设备

同 5.6.2。

5.8.3 色谱分析条件

按 5.6.3 规定的测试条件。

5.8.4 试验溶液的配制

准确吸取 20 μL 按 5.6.4 配制的试验溶液作为试液。

5.8.5 标准溶液的配制

称取置于真空干燥器中干燥 24 h 后的 6-羟基-5-[(2-甲氧基-5-甲基-4-磺基苯)偶氮]-8-(2-甲氧基-5-甲基-4-磺基苯氧基)-2-萘磺酸钠盐约 10 mg, 精确至 0.000 2 g。用乙酸铵溶液溶解, 准确配至 100 mL, 吸取该溶液 10 mL 加乙酸铵溶液准确配至 100 mL, 以此作为溶液 A。吸取 10.0 mL、5.0 mL、2.0 mL、1.0 mL 溶液 A, 分别用乙酸铵溶液定容至 100 mL 作为系列标准溶液。

5.8.6 分析步骤

在以上给定测试条件下分别用微量注射器吸取试验溶液及标准溶液注入并充满定量环进行色谱检测, 待最后一个组分流出完毕, 进行结果处理。测定各标准溶液物质的峰面积, 绘制成标准曲线。测定试液中该物质的峰面积, 根据上述标准曲线求出本物质含量。

5.9 6-羟基-2-萘磺酸钠含量的测定

5.9.1 试剂和材料

同 5.6.1。

5.9.2 仪器设备

同 5.6.2。

5.9.3 色谱分析条件

除检测器改用紫外光吸收检测器(检测波长 290 nm)外,其他均按 5.6.3 规定的测试条件。

5.9.4 试验溶液的配制

准确吸取 20 μL 按 5.6.4 配制的试验溶液作为试液。

5.9.5 标准溶液的配制

称取置于真空干燥器中干燥 24 h 后的 6-羟基-2-萘磺酸钠约 0.01 g,精确至 0.000 2 g,用乙酸铵溶液溶解,准确配至 100 mL,吸取 10 mL 上述溶液加乙酸铵溶液准确配至 100 mL 作为溶液 A。分别吸取 3.0 mL、2.0 mL、1.0 mL 溶液 A,分别用乙酸铵溶液定容至 100 mL 作为系列标准溶液。

5.9.6 分析步骤

在以上给定测试条件下分别用微量注射器吸取试验溶液及标准溶液注入并充满定量环进行色谱检测,待最后一个组分流完,进行结果处理。测定各标准溶液物质的峰面积,绘制成标准曲线。测定试验溶液中 6-羟基-2-萘磺酸钠的峰面积,根据上述标准曲线求出本物质含量。

5.10 4-氨基-5-甲氧基-2-甲基苯磺酸含量的测定

5.10.1 试剂和材料

同 5.6.1。

5.10.2 仪器设备

同 5.6.2。

5.10.3 色谱分析条件

按 5.9.3 规定的测试条件。

5.10.4 试验溶液的配制

准确吸取 20 μL 按 5.6.4 配制的试验溶液作为试液。

5.10.5 标准溶液的配制

称取置于真空干燥器中干燥 24 h 后的 4-氨基-5-甲氧基-2-甲基苯磺酸约 0.01 g,精确至 0.000 2 g,用乙酸铵溶液溶解,准确至 100 mL。吸取上述溶液 10 mL,加乙酸铵溶液准确配至 100 mL 作为溶液 A。分别吸取 2.5 mL、2.0 mL、1.0 mL 溶液 A,用乙酸铵溶液准确配至 100 mL 作为标准溶液。

5.10.6 分析步骤

在以上给定测试条件下分别用微量注射器吸取试验溶液及标准溶液注入并充满定量环进行色谱检测,待最后一个组分流完,进行结果处理。测定各标准溶液物质的峰面积,绘制成标准曲线。测定试验溶液中 4-氨基-5-甲氧基-2-甲基苯磺酸的峰面积,根据上述标准曲线求出本物质的含量。

5.11 6,6'-氧代-双(2-萘磺酸)二钠盐含量的测定

5.11.1 试剂和材料

同 5.6.1。

5.11.2 仪器设备

同 5.6.2。

5.11.3 色谱分析条件

按 5.9.3 规定的测试条件。

5.11.4 试验溶液的配制

准确吸取 20 μL 按 5.6.4 配制的试验溶液作为试液。

5.11.5 标准溶液的配制

称取置于真空干燥器中干燥 24 h 后的 6,6'-氧代-双(2-萘磺酸)二钠盐约 0.01 g,精确至 0.000 2 g。用乙酸铵溶液溶解,准确配到 100 mL。吸取 10 mL 上述溶液,加乙酸铵溶液,准确配至 100 mL 作为溶液 A。分别吸取 10.0 mL、5.0 mL、2.0 mL、1.0 mL 溶液 A,用乙酸铵溶液准确配至 100 mL 作为标准溶液。

5.11.6 分析步骤

在以上给定测试条件下分别用微量注射器吸取试验溶液及标准溶液注入并充满定量环进行色谱检测,待最后一个组分流出完毕,进行结果处理。测定各标准溶液物质的峰面积,绘制成标准曲线。测定试液中 6,6'-氧代-双(2-萘磺酸)二钠盐的峰面积,根据上述标准曲线求出本物质含量。

5.12 未磺化芳族伯胺(以苯胺计)总含量的测定

按 GB 17511.1—2008 中 5.13 规定进行。

5.13 砷(以 As 计)含量的测定

5.13.1 方法提要

试样经湿法消解处理后,然后采用“砷斑法”进行限量比色。

5.13.2 试剂

5.13.2.1 硝酸;

5.13.2.2 硫酸溶液:1+1;

5.13.2.3 硝酸-高氯酸混合溶液:3+1;

5.13.2.4 砷(As)标准溶液(0.001 mg/mL)。

配制:取 0.1 mg/mL 的砷(As)标准溶液 1 mL 于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。每 1 mL 相当 0.001 mg 砷。

5.13.3 仪器设备

按 GB/T 5009.76 中 10 的装置。

5.13.4 试验溶液的制备

称取约 2.5 g 试样,精确至 0.001 g。置于圆底烧杯中,加硝酸 5 mL,润湿样品,沿瓶壁加入硫酸溶液约 15 mL,再缓缓加热赶出二氧化氮气体,至瓶中溶液开始变成棕色,停止加热。放冷后加入硝酸-高氯酸混合溶液约 15 mL,继续加热,强火加热至溶液至透明无色或微黄色,至生成大量的二氧化硫白色烟雾,最后溶液应呈无色或微黄色(如仍有黄色则再补加硝酸-高氯酸混合溶液 5 mL 后处理)。冷却后加水 15 mL,煮沸除去残余的硝酸-高氯酸(必要时可再加水煮沸一次),继续加热至发生白烟,保持 10 min,放冷。将溶液移入 50 mL 容量瓶中,用水洗涤圆底烧瓶,将洗涤液并入容量瓶中,加水至刻度,摇匀,作为诱惑红铝色淀试验溶液。

5.13.5 空白溶液的配制

按相同方法,取同样量的硝酸、硫酸和硝酸-高氯酸混合溶液配制空白溶液。

5.13.6 分析步骤

分别吸 20 mL 试液、20 mL 空白溶液移入各自的 100 mL 锥形瓶中,以下按 GB/T 5009.76 中第 11 章所示的规定进行测定。

5.14 重金属(以 Pb 计)含量的测定

5.14.1 方法提要

诱惑红铝色淀经湿法消解处理后,稀释至一定体积,在 pH 等于 4 时,加入硫化钠溶液,然后进行限量比色。

5.14.2 试剂

5.14.2.1 盐酸;

5.14.2.2 硝酸;

5.14.2.3 氨水;

5.14.2.4 硫酸溶液:1+1;

5.14.2.5 盐酸溶液:1+3;

5.14.2.6 乙酸氨溶液:1+9;

5.14.2.7 硝酸-高氯酸混合溶液(3+1);

配制:量取 60 mL 硝酸,加 20 mL 高氯酸,混匀。

5.14.2.8 硫化钠溶液:100 g/L;

5.14.2.9 铅(Pb)标准溶液(0.01 mg/mL):取 0.1 mg/mL 的铅(Pb)标准溶液 10 mL 于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

5.14.3 试验溶液的配制

量取 20 mL 试验溶液(5.13.4)。加氨水搅拌调整 pH,再加乙酸铵溶液调至 pH4,加水配至 50 mL,作为检测溶液。

5.14.4 比较溶液的配制

量取 20 mL 空白试验溶液(5.13.5)及铅标准溶液 2.0 mL。与 5.14.3 一样操作,配成比较溶液。

5.14.5 分析步骤

在两种溶液(5.14.3)和(5.14.4)中各加硫化钠溶液 2 滴后,摇匀,放置 5 min,检测溶液颜色不应深于比较溶液。

5.15 铅含量的测定

5.15.1 试剂

同 5.14.2。

5.15.2 试验溶液的配制

量取制备的试样液(5.13.4)10 mL,加稀盐酸溶液配至 25 mL,作为试验液。

5.15.3 标准比色溶液的配制

量取空白试验溶液(5.13.5)10 mL,吸取 1.0 mL 铅标准溶液加稀盐酸溶液配至 25 mL,作为标准比色溶液。

5.15.4 分析步骤

在试验溶液(5.15.2)和标准比色溶液(5.15.3)中分别加入硫化钠溶液 2 滴,摇匀,在暗处放置 5 min 后进行观察,试验溶液的颜色不得深于标准比色溶液。

5.16 钡(以 Ba 计)含量的测定

5.16.1 试剂

5.16.1.1 硫酸;

5.16.1.2 无水碳酸钠;

5.16.1.3 盐酸溶液:1+3;

5.16.1.4 硫酸溶液:1+19;

5.16.1.5 钡标准溶液:氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)177.9 mg,用水溶解并定容至 1 000 mL。每 1 mL 含有 0.1 mg 钡(0.1 mg/mL)。

5.16.2 试验溶液的配制

称取约 1 g 试样,精确至 0.001 g,放于白金坩埚或陶瓷坩埚中,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。放冷后,再加硫酸 1 mL,慢慢加热至几乎不发生硫酸蒸汽为止,放入马福炉中,于 800 °C 灼烧 3 h。冷却后,加无水碳酸钠 5 g 充分混合,加水 20 mL,加热,将混合物溶解。冷却后过滤,用水洗涤滤纸上的残渣至洗涤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,充分摇匀后煮沸。冷却后过滤,用水 10 mL 洗涤滤纸上的残渣。将洗涤液与滤液合并,在水浴上蒸发到干涸。加水 5 mL 使残渣溶解,必要时过滤,加盐酸溶液 0.25 mL,充分混合后,再加水配至 25 mL 作为试验溶液。

5.16.3 标准比浊溶液的配制

取 5 mL 钡标准溶液,加盐酸溶液 0.25 mL。加水至 25 mL,作为标准比浊溶液。

5.16.4 分析步骤

在试验溶液(5.16.2)和标准比浊溶液(5.16.3)中各加硫酸溶液 1 mL 混合,放置 10 min 时,试验溶液混浊程度不得超过标准比浊溶液。

6 检验规则

6.1 组批

以批为单位(以一次拼混的均匀产品为一批)。

6.2 采样

瓶装产品采样应从每批包装产品箱总数中选取 10% 箱,再从抽出的箱中选取 10% 瓶,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,将所取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,注明生产厂名、产品名称、批号、生产日期,一瓶供检验,一瓶留样备查。

6.3 检验

食品添加剂诱惑红铝色淀质量检验中所有项目为出厂检验。

6.4 判定规则与复验

若检验结果有任何一项不符合本标准要求时,应重新自该批产品中取双倍试料,对该不合格项目进行复验,若复验结果符合本标准要求时,则判该批产品为合格,反之,则判该批产品为不合格。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

每一瓶(袋、桶)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、生产许可证编号及标志、卫生许可证编号、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。

7.2 包装

使用食用级聚乙烯塑料瓶或其他符合食品和药品包装要求的材料包装,外套纸箱固封。包装形式可由制造厂商与用户协商确定。

7.3 运输

运输时必须防雨、防潮、防晒,不得与有毒、有害等其他物资混装、混运、一起堆放。

7.4 贮存

7.4.1 本产品贮存在干燥、通风、阴凉的专用仓库内,防止污染。

7.4.2 在包装完整、未启封的情况下,自生产之日起保质期为 5 年。逾期重新检验是否符合本标准要求,合格仍可使用。

附录 A

(规范性附录)

三氯化钛标准滴定溶液的配制方法

A.1 试剂

A.1.1 盐酸;

A.1.2 硫酸亚铁铵;

A.1.3 硫氰酸铵溶液:200 g/L;

A.1.4 硫酸溶液:1+1;

A.1.5 三氯化钛溶液;

A.1.6 重铬酸钾标准滴定溶液: $\left[c\left(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\right) = 0.1 \text{ mol/L} \right]$, 按 GB/T 601 配制与标定。

A.2 仪器设备

见本标准图 1。

A.3 三氯化钛标准滴定溶液的配制

A.3.1 配制

取三氯化钛溶液 100 mL 和盐酸 75 mL 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藏。

A.3.2 标定

称取约 3 g 硫酸亚铁铵,精确至 0.2 mg,置于 500 mL 锥形瓶中,在二氧化碳气流保护作用下,加入新煮沸并已冷却的水 50 mL,使其溶解,再加入硫酸溶液 25 mL,继续在液面下通入二氧化碳气流作保护,迅速准确加入重铬酸钾标准滴定溶液 35 mL,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,立即加入硫氰酸铵溶液 25 mL,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,同时做一空白试验。

A.3.3 结果计算

三氯化钛标准溶液浓度的实际数值 $c(\text{TiCl}_3)$, 单位以摩尔每升(mol/L)表示,按式(A.1)计算:

$$c(\text{TiCl}_3) = \frac{V_1 \times c_1}{V_2 - V_3} \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

V_1 ——重铬酸钾标准滴定溶液(A.1.6)的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定被重铬酸钾标准溶液 $\left[c\left(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\right) = 0.1 \text{ mol/L} \right]$ 氧化成高钛所用去的三氯化钛溶液的数值体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——滴定空白用去三氯化钛溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c_1 ——重铬酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L)。

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。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食品添加剂 诱惑红铝色淀
GB 17511.2—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

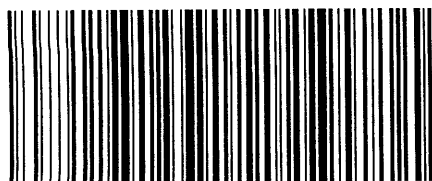
*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 24 千字
2008年11月第一版 2008年11月第一次印刷

*

书号:155066·1-34174 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB 17511.2-2008