



中华人民共和国国家标准

GB 17512.2—1998

食品添加剂 赤藓红铝色淀

Food additive
Erythrosine aluminum lake

1998-10-19 发布

1999-04-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

本标准等效采用《日本食品添加剂公定书(1992年)第六版》，根据书中“食用红色3号铝色淀(赤藓红铝色淀)”标准进行制定。

本标准同日本标准主要差异如下：

1 本标准中氯化物(以 NaCl 计)及硫酸盐(以 Na_2SO_4 计)的测定方法为化学滴定法，日本标准采用离子色谱法。

2 本标准中副染料含量测定采用 WHO/FAO 中测定方法，指标为 $\leq 1.5\%$ 。

3 砷含量测定采用 GB/T 8450—1987《食品添加剂中砷的测定方法》，指标为 $\leq 0.0003\%$ (As)，日本指标为 $\leq 0.0004\%$ (As_2O_3)。

本标准由原中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由原化学工业部染料标准化技术归口单位、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：邱玉美、刘 静、丁德毅、施怀炯、钱 凯、周艳琴。

本标准委托原化工部染料标准化技术归口单位负责解释。

中华人民共和国国家标准

食品添加剂 赤藓红铝色淀

GB 17512.2—1998

Food additive
Erythrosine aluminum lake

1 范围

本标准规定了食品添加剂赤藓红铝色淀的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存。
本标准适用于食品添加剂赤藓红与氢氧化铝作用生成的颜料色淀,本品可添加于食品中,作着色剂用。

分子式: $C_{20}H_8I_4O_5$

相对分子质量:835.90(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(neq ISO 3696:1987)

GB 17512.1—1998 食品添加剂 赤藓红

3 要求

3.1 外观:红色粉末。

3.2 食品添加剂赤藓红铝色淀应符合表1要求。

表1 要求

%

项 目	指 标
含量(以色淀计)	\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 1.5
砷(As)	\leq 0.0003
重金属(以 Pb 计)	\leq 0.002
钡(Ba)	\leq 0.05
碘化钠	\leq 0.2

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,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 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) 氢氧化钠溶液:90 g/L;
- c) 乙酸铵溶液:1.5 g/L;
- d) 盐酸溶液:1+3。

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,在水浴中不时地摇动加热,约 5 min 后显淡褐橙色,冷却后,取上层澄清液 2~3 滴,加水 5 mL,产生橙红色沉淀。

4.2.3.2 称取约 0.1 g 试样,加氢氧化钠溶液 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 $526 \text{ nm} \pm 2 \text{ nm}$ 处。

4.2.3.3 称取 0.1 g 试样,加入 10 mL 盐酸溶液,在水浴中加热 5 min,摇动溶解,加活性炭 0.5 g,充分摇匀后过滤。溶液澄清,呈红色溶液,冷却,用氢氧化钠中和至逐渐有红色胶状沉淀形成。

4.3 赤藓红铝色淀含量的测定 分光光度比色法

4.3.1 方法提要

试样经处理后,以分光光度计在最大吸收波长处测定其吸光度,然后计算出试样的含量。

4.3.2 试剂和材料

- a) 氢氧化钠溶液:4 g/L;
- b) 乙酸铵溶液:1.5 g/L。

4.3.3 仪器、设备

- a) 分光光度计;
- b) 比色皿:10 mm。

4.3.4 分析步骤

准确称取赤藓红铝色淀 0.1 g,放入 100 mL 烧杯中,加氢氧化钠溶液 50 mL 溶解,移至 500 mL 容量瓶中。接着用乙酸铵溶液洗涤烧杯,将洗液并入容量瓶,加乙酸铵溶液,准确配至 500 mL 作为试样液。然后准确量取试样液 10~20 mL,加乙酸铵溶液,准确配至 200 mL,作为检测液。在 $526 \text{ nm} \pm 2 \text{ nm}$ 波长处,用 10 mm 比色皿,在分光光度计上测量吸光度 A 。

4.3.5 分析结果的表述

赤藓红铝色淀的质量百分含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{A \times 500 \times 200 \times 0.931}{0.111 \times m \cdot V \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: A ——吸光度;

m ——试样量,mg;

V ——配制检测液所用的试样液,mL;

- 0.111——分光光度法的换算因子；
0.931——赤藓红色酸与色素(钠盐的一水化合物的换算因子)。

4.4 干燥减量的测定

按 GB 17512.1—1998 中 4.4.1。

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：1+3；
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 分析步骤

称取 2 g 试样，精确至 0.01 g，置于 600 mL 烧杯中，加入水 20 mL 和浓盐酸 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 玻璃砂坩埚过滤，用水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。

4.5.3 分析结果的表述

盐酸和氨水中不溶物质量百分含量 X_2 按式(2)计算：

$$X_2 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

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 0.05%，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 17512.1—1998 中 4.4.2~4.4.3。

氯化物及硫酸盐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 方法提要

用纸上层析法将各组分离，洗脱，然后用分光光度法定量。

4.7.2 试剂和材料

- a) 正丁醇；
b) 乙醇；
c) 氨水溶液：4+96；
d) 氢氧化钠溶液：100 g/L；
e) 碳酸氢钠溶液：4 g/L；
f) 丙酮溶液：1+1。

4.7.3 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： $\phi 240 \text{ mm} \times 300 \text{ mm}$ ；
d) 微量进样器：100 μL ；
e) 纳氏比色管：50 mL，具磨口塞。

4.7.4 分析步骤

4.7.4.1 纸上层析条件

展开剂:正丁醇+乙醇+氨水溶液=6+2+3;

温度:20~25℃。

4.7.4.2 试样洗出液的制备

称取1g试样,精确至0.01g,置于烧杯中,加入适量水和氢氧化钠溶液50mL,加热至80~90℃,搅拌使其溶解。

移入100mL容量瓶中,稀释至刻度,摇匀,用微量进样器吸取200μL,均匀地点在离滤纸底边25mm的一条基线上,成一直线,使其溶液在滤纸上的宽度不超过5mm,长度为130mm,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10mm,待展开剂前沿线上升至150mm或直到副染料分离满意为止。取出层析滤纸,用吹风机以冷风吹干。

同时用空白滤纸在相同条件下展开〔该空白滤纸必须和试验溶液展开用的滤纸在同一张(600mm×600mm)的滤纸上相邻部位裁取〕。

将各个副染料和在空白滤纸上与各副染料相对应的部位的滤纸,按同样大小剪下,并剪成约5mm×15mm的细条,分别置于50mL的纳氏比色管中,各准确加入丙酮溶液5mL,摇动3~5min后,再准确加入碳酸氢钠溶液20mL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。在各自副染料的最大吸收波长处,用50mm比色皿,在分光光度计上测定吸光度。

以丙酮溶液5mL和碳酸氢钠溶液20mL混合液作参比液。

4.7.4.3 标样洗出液的制备

准确吸取上述1%试样溶液6mL,移入100mL容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用微量进样器吸取200μL,均匀地点在离滤纸底边25mm的一条基线上,用冷风吹干。将滤纸放入层析缸中展开,待展开剂前沿线仅上升40mm,取出后吹干。剪下所有染料部分,萃取操作同前。用厚度为100mm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。

4.7.4.4 分析结果的表述

副染料的质量百分含量 X_3 按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{(A_1 - b_1) + \dots + (A_n - b_n)}{A_s - b_s} \times 5 \times 6 \times S \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: A_1, \dots, A_n ——各副染料萃取液以50mm光径长度计算的吸光度;

b_1, \dots, b_n ——各副染料对照空白萃取液以50mm光径长度计算的吸光度;

A_s ——标准萃取液以10mm光径长度计算的吸光度;

b_s ——标准对照空白采取液以10mm光径长度计算的吸光度;

5——折算成10mm光径长度的比数;

6——以1%试样溶液作基准的标准萃取液的参比浓度,%;

S ——试样的总含量。

4.7.4.5 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 17512.1—1998中4.7。

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) 乙酸铵溶液:1+9;

f) 硫化钠溶液:100 g/L;

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

4.9.2 分析步骤

称取试样 5 g,精确至 0.01 g。放入石英或瓷制坩埚中,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 慢慢加热至硫酸蒸汽几乎不再发生,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 5 mL 和少量水洗涤容器及滤纸上残渣,将洗液和滤液合并,加水配至 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。经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 分析步骤

称取试样约 1 g,精确至 0.01 g,放于白金制(石英制或瓷制)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汽为止,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,不得混浊。

4.11 碘化钠含量的测定

4.11.1 试剂和材料

硝酸银标准溶液: $c(\text{AgNO}_3)=0.001 \text{ mol/L}$ 。

4.11.2 仪器、设备

a) 数字毫伏计;

b) 碘离子选择电极;

c) 参比电极;

d) 电磁搅拌器。

4.11.3 试验溶液的制备

称取 2.0 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于烧杯中,加入准确量取的水 75 mL,约 30 min 用电磁搅拌器搅拌后,用干燥滤纸填于玻璃砂坩埚漏斗过滤,滤液作为试验液。

测试方法按 GB 17512.1—1998 中 4.9.4。

4.11.4 分析结果的表述

碘化钠质量的百分含量 X_4 按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{V \times 0.0015}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: m ——试料的质量, g;

V ——滴定试样耗用硝酸银标准溶液的体积, mL;

0.0015——与 1.00 mol/L 硝酸银标准滴定溶液 [$c(\text{AgNO}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示碘化钠质量。

5 检验规则

5.1 食品添加剂赤藓红铝色淀, 应由生产单位的产品质量检验部门进行检验, 生产单位应保证所有出厂的食品添加剂赤藓红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 使用单位可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赤藓红铝色淀的质量进行检验, 检验其质量指标是否符合本标准的要求。

5.3 食品添加剂赤藓红铝色淀以一个生产批号产品为一批。

5.4 采样应从每批产品包装箱(每箱为 $10 \times 0.15 \text{ kg}$) 总数中选取 10% 箱, 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。将所取样品迅速混匀后从中取约 100 g, 分别装于两个清洁、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, 一瓶保存。

5.5 如果检验中有一项指标不符合本标准的要求时, 应重新自两倍量的包装中选取样品进行复验, 复验的结果如仍有一项指标不符合本标准的要求时, 则整批产品不能验收。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 包装箱上应有明显的标志, 内容包括: “食品添加剂”字样、产品名称、商标、生产厂名、生产厂地址、规格、批号、生产日期、生产许可证号码、瓶数。

6.2 每一瓶出厂产品, 都应附有质量证明书, 内容包括: 生产厂名称、产品名称、批号、生产日期、净含量、使用方法、产品质量符合本标准的证明及标准编号。

6.3 食品添加剂赤藓红铝色淀装于聚乙烯塑料瓶中, 每瓶为 0.15 kg 装, 每 10 瓶外套纸箱固封。

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 本品在储运中不得与有毒、有害等其他物质混装、混运、一起堆放。

6.6 本产品从生产日期计, 保质期为五年。逾期重新检验是否符合本标准的要求, 合格仍可使用。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食 品 添 加 剂
赤 藓 红 铝 色 淀

GB 17512.2—1998

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

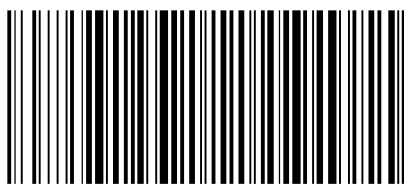
开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 13 千字
1999年6月第一版 1999年6月第一次印刷
印数 1—1 000

*

书号: 155066·1-15857 定价10.00元

*

标 目 375—28



GB 17512.2—1998