

ICS 67.220.20
X 42



中华人民共和国国家标准

GB 7655.1—1996

食品添加剂 亮蓝

Food additive
Brilliant blue

1996-09-13 发布

1997-05-01 实施

国家技术监督局 发布

前 言

本标准非等效采用日本食品添加物公定书第六版中一般试验法的合成色素试验法和产品标准部分,并在原标准 GB 7655—87 的基础上进行修订。

本标准同日本标准的差异如下:

1. 本标准含量指标为 85.0%(亮蓝 85)和 60.0%(亮蓝 60)二档,日本指标为 85.0%一档;含量测定方法中除三氯化钛滴定法外,增加分光光度法,以此方法作为日常测定方法,如供需双方发生异议需仲裁时,仍以三氯化钛法作为仲裁方法。

2. 本标准中水不溶物含量指标,亮蓝 85 产品为 $\leq 0.2\%$,同日本指标,亮蓝 60 产品为 $\leq 0.3\%$ 。

3. 本标准中设异丙醚萃取物的测定项目,指标为 $\leq 0.3\%$,日本标准无此项目。

4. 本标准中砷含量测定方法基本上采用 GB/T 8450 通用方法,指标为 $\leq 0.0001\%$ (As),日本指标为 $\leq 0.0004\%$ (As₂O₃)。

5. 本标准中副染料含量测定采用 WHO/FAO 中的方法,指标为 $\leq 6.0\%$ 。

6. 本标准中重金属(以 Pb 计)含量指标为 $\leq 0.001\%$,日本指标为 $\leq 0.002\%$ 。

7. 本标准中亮蓝 60 产品不作氯化物和硫酸盐含量测定。

本标准同原标准的区别如下:

1. 为满足用户需要,本标准增设亮蓝 60 产品的质量指标。

2. 本标准中含量测定中增加分光光度法,以此方法作为日常测定方法,如供需双方发生异议需仲裁时,仍以三氯化钛法作为仲裁方法。

3. 对亮蓝 85 产品,本标准增设氯化物及硫酸盐的含量测定项目,指标为 $\leq 4.0\%$ 。

4. 亮蓝 85 产品水不溶物含量指标由原来 0.3%修改为 0.2%。

5. 铬含量测定采用原子吸收法。

本标准的附录 A、附录 B 是标准的附录。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部沈阳化工研究院卫生部食品监督检验所归口。

本标准起草单位:上海市染料研究所、上海市食品卫生监督检验所。

本标准主要起草人:邱玉美、刘静、钱凯、施怀炯、袁亦丞。

本标准于 1987 年首次发布。

中华人民共和国国家标准

食品添加剂 亮蓝

Food additive
Brilliant blue

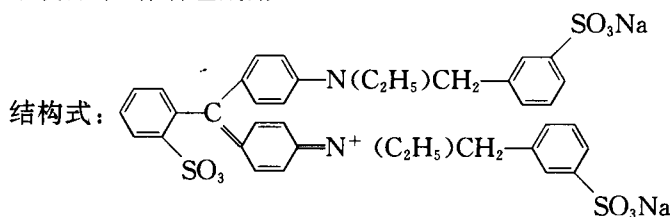
GB 7655.1—1996

代替 GB 7655—87

1 范围

本标准规定了食品添加剂亮蓝的要求、试验方法、检验规则、标志和包装。

本标准适用于由苯甲醛邻磺酸与 N-乙基-N-(3-磺基苄基)-苯胺缩合后经氧化而成的染料。本品可添加于食品中,作着色剂用。



分子式: $C_{27}H_{34}N_2Na_2O_9S_3$

分子量: 792.86(按 1991 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—88 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB/T 602—88 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:82)
- GB/T 603—88 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品制备(neq ISO 6353-1:82)
- GB/T 6682—92 实验室用水规格及试验方法(eqv ISO 3696:87)
- GB/T 8450—87 食品添加剂中砷的测定方法

3 要求

- 3.1 外观:蓝紫色粉末。
- 3.2 食品添加剂亮蓝应符合表 1 要求:

表 1

%

项 目		指 标	
		亮蓝 85	亮蓝 60
含量	≥	85.0	60.0
干燥减量(135±2℃)	≤	10.0	
水不溶物	≤	0.2	0.3
异丙醚萃取物	≤	0.3	
水溶性氯化物(以 NaCl 计)及硫酸盐(以 Na ₂ SO ₄ 计)	≤	4.0	—
副染料	≤	6.0	
砷(As)	≤	0.000 1	
重金属(以 Pb 计)	≤	0.001	
铬(Cr)	≤	0.005	
锰(Mn)	≤	0.005	

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 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。

4.1 外观

用目视测定。

4.2 鉴别

4.2.1 试剂和材料

- a) 无水乙醇;
- b) 正丁醇;
- c) 乙酸铵:100 g/L 溶液;
- d) 氨水:(4+96)溶液;
- e) 亮蓝标准样品:含量≥85.0%,≥60.0%。

4.2.2 仪器和设备

- a) 分光光度计;
- b) 层析滤纸:1号中速,150 mm×250 mm;
- c) 层析缸:φ100 mm×200 mm;
- d) 微量进样器:10 μL。

4.2.3 分析步骤

4.2.3.1 称取 0.1 g 试样,精确至 0.01 g,溶于 100 mL 水中,呈蓝色澄清溶液,试样微溶于乙醇,不溶于油脂,具有酸性染料特性,能使动物纤维染色。

4.2.3.2 称取 0.001 g 试样,溶于 100 mL 乙酸铵溶液中,其最大吸收波长为 630±2 nm。

4.2.3.3 取试验溶液做纸上层析,其主色点的 R_f 值,应与标准样品相同。

纸上层析条件:

展开剂:正丁醇+无水乙醇+氨水溶液=6+2+3。

温度:20~25℃。

试验溶液浓度:0.1 g/100 mL。

试验溶液用量:2 μL。

展开剂前沿上升限度:150 mm。

4.3 亮蓝含量的测定

4.3.1 三氯化钛滴定法

4.3.1.1 方法提要

在碱性介质中,染料中偶氮基被三氯化钛还原分解成氨基化合物,按三氯化钛标准滴定溶液的消耗量,计算染料的百分含量。

4.3.1.2 试剂和材料

- a) 盐酸;
- b) 硫酸亚铁铵;
- c) 三氯化钛;
- d) 酒石酸氢钠;
- e) 硫氰酸铵:200 g/L 溶液;
- f) 硫酸:1+1 溶液;
- g) 重铬酸钾:[$c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.1 \text{ mol/L}$]标准溶液;
- h) 新配制的三氯化钛标准溶液[$c(TiCl_3)=0.1 \text{ mol/L}$],配制方法按附录 A;
- i) 钢瓶装二氧化碳。

4.3.1.3 分析步骤

称取 7 g 试样,精确至 0.000 2 g,溶于 100 mL 新煮沸并冷却至室温的蒸馏水中,移入 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀,准确吸取 50 mL,置于 500 mL 锥形瓶中,加入柠檬酸三钠 15 g,水 150 mL,按图 1 装好仪器,在液面下通入二氧化碳气流的同时,加热至沸,并用三氯化钛标准溶液滴定到无色为终点。

4.3.1.4 分析结果的表述

亮蓝的质量百分含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{V \times c \times 0.3964}{m \times 50/250} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: V ——滴定试样耗用的三氯化钛标准溶液的体积, mL;

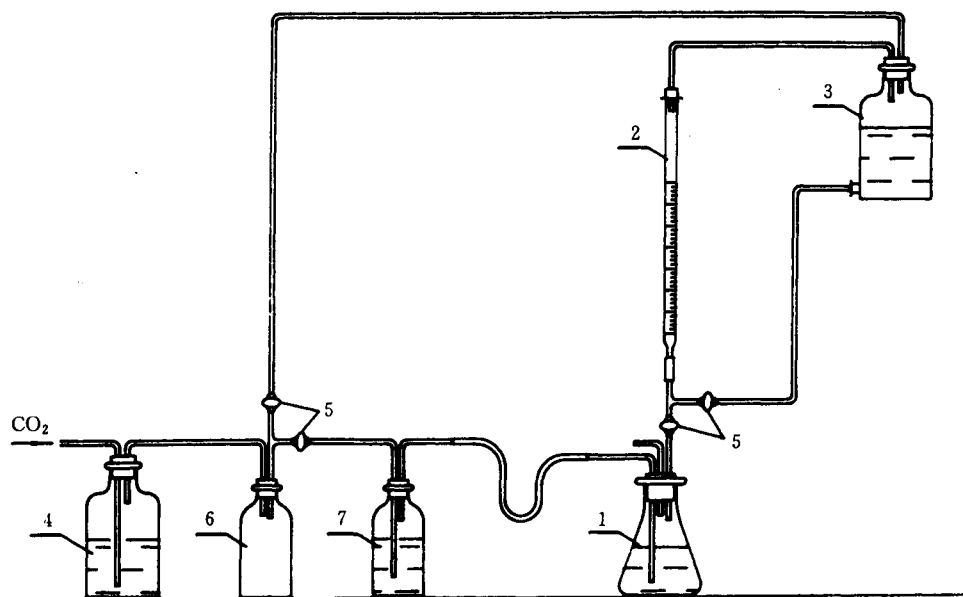
c ——三氯化钛标准溶液的实际浓度, mol/L;

0.3964——与 1.00 mL 三氯化钛标准滴定溶液[$c(TiCl_3)=1.000 \text{ mol/L}$]相当的,以克表示的亮蓝质量;

m ——试料的质量, g。

4.3.1.5 允许差

二次平行测定结果的差不大于 1%,取其算术平均值作为测定结果。



1—锥形瓶(500 mL);2—棕色滴定管(50 mL);3—包黑纸的下口玻璃瓶(2 000 mL);4—盛 10%碳酸铵和 10%硫酸亚铁等量混合液的容器(5 000 mL);5—活塞;6—空瓶;7—装有水的洗气瓶

图 1 三氯化钛滴定法的装置图

4.3.2 分光光度比色法

4.3.2.1 方法提要

将试样与已知含量的标样分别用水溶解后,在最大吸收波长处,分别测其吸光度,然后计算出试样的含量。

4.3.2.2 试剂和材料

亮蓝标准样品:含量 $\geq 85.0\%$ 、 $\geq 60.0\%$ 。

4.3.2.3 仪器和设备

分光光度计,带 10 mm 比色皿。

4.3.2.4 分析步骤

a) 亮蓝标样溶液的制备

称取亮蓝标准样品 0.5 g,精确至 0.000 2 g,溶于适量水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。准确吸取 10 mL,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

b) 亮蓝试验溶液的制备

称量与操作方法同标样溶液的制备。

c) 操作

将标样溶液和试验溶液置于 10 mm 比色皿中,在 630 ± 2 nm 波长处用分光光度计测定各自的吸光度。以水作参比液。

4.3.2.5 分析结果的表述

亮蓝的质量百分含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{A}{A_s} \times X_s \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: A ——试验溶液的吸光度;

A_s ——标样溶液的吸光度;

X_s ——亮蓝标准样品的质量百分含量(三氯化钛法)。

4.3.2.6 允许差

二次平行测定结果的差不大于2%，取其算术平均值作为测定结果。

以上测定方法以三氯化钛滴定法为仲裁方法，日常检验可根据条件任选一种进行测定。

4.4 干燥减量的测定

4.4.1 分析步骤

称取2 g试样，精确至0.01 g，置于已恒重的 $\phi 30\sim 40$ mm的称量瓶中，在 $135\pm 2^\circ\text{C}$ 恒温烘箱中烘至恒重。

4.4.2 分析结果的表述

干燥减量的质量百分含量(X_3)按式(3)计算：

$$X_3 = \frac{(m_1 - m_2)}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中： m_1 ——试料干燥前的质量，g；

m_2 ——试料干燥至恒重后的质量，g。

4.4.3 允许差

二次平行测定结果的差不大于0.2%，取其算术平均值作为测定结果。

4.5 水不溶物含量的测定

4.5.1 分析步骤

称取3 g试样，精确至0.01 g，置于500 mL烧杯中，加入 $50\sim 60^\circ\text{C}$ 水250 mL使之溶解，用已在 $135\pm 2^\circ\text{C}$ 烘至恒重的4号砂芯坩埚过滤，并用热水充分洗涤到洗涤液无色，在 $135\pm 2^\circ\text{C}$ 恒温烘箱中烘至恒重。

4.5.2 分析结果的表述

水不溶物的质量百分含量(X_4)按式(4)计算：

$$X_4 = \frac{m_2}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中： m_2 ——干燥后水不溶物的质量，g；

m_1 ——试料的质量，g。

4.5.3 允许差

二次平行测定结果的差不大于0.05%，取其算术平均值作为测定结果。

4.6 异丙醚萃取物含量的测定

4.6.1 试剂与材料

- a) 异丙醚：异丙醚的预处理，按附录B；
- b) 硫酸钠；
- c) 盐酸：2+98, 3+7 溶液；
- d) 氢氧化钠：5 g/L、20 g/L、100 g/L 溶液；
- e) 硫酸亚铁： $c(\text{FeSO}_4)=0.1$ mol/L 标准溶液；
- f) 硫氰酸铵： $c(\text{NH}_4\text{CNS})=0.1$ mol/L 标准溶液；
- g) 三氯化钛标准溶液： $c(\text{TiCl}_3)=0.1$ mol/L 溶液，溶液需新配制，配制方法按附录A。

4.6.2 分析步骤

称取2 g试样，精确至0.01 g，溶于100 mL水中，再加入1克硫酸钠充分溶解，试样溶液移入500 mL分液漏斗中，加异丙醚40 mL，摇动1 min，静置分层，分出染料水层，置于另一分液漏斗中，留存的异丙醚，每次用水25 mL洗涤，共洗二次，弃去洗涤液，将异丙醚液通过脱脂棉直接滤入已在 $80\sim 85^\circ\text{C}$ 经过恒重已知质量的150 mL磨口锥形瓶中，第一次分出的染料溶液，加入100 g/L氢氧化钠溶液2 mL，用异丙醚40 mL同上法进行第二次萃取，异丙醚液用5 g/L氢氧化钠溶液25 mL洗涤一次，每次用水250 mL再洗涤二次，弃去洗涤液，将异丙醚液通过脱脂棉滤入同一锥形瓶中，第二次分出的染料

水溶液,加入 3+7 盐酸溶液 5 mL,再用异丙醚 40 mL 进行第三次萃取,异丙醚液用 2+98 盐酸溶液 25 mL 洗涤一次,每次用水 25 mL 再洗涤二次,合并三次异丙醚液,在 80~85℃ 水浴中蒸去异丙醚,然后将锥形瓶置于温度为 80~85℃ 的烘箱中,烘至恒重。

同时以 100 mL 水代替试验溶液,以相同方法做一空白试验。

4.6.3 分析结果的表述

异丙醚萃取物的质量百分含量(X_5)按式(5)计算:

$$X_5 = \frac{(m_2 - m_1)}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中: m_2 ——萃取物的质量, g;

m_1 ——空白试验时萃取物的质量, g;

m ——试料的质量, g。

4.6.4 允许差

二次平行测定结果的差不大于 0.05%, 取其算术平均值作为测定结果。

4.7 水溶性氯化物(以 NaCl 计)及硫酸盐(以 Na_2SO_4 计)含量的测定

4.7.1 试剂和材料

- a) 活性炭;
- b) 硝基苯;
- c) 硝酸:(1+1)溶液;
- d) 硝酸银: $c(\text{AgNO}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 标准溶液;
- e) 硫氰酸铵: $c(\text{NH}_4\text{CNS})=0.1 \text{ mol/L}$ 标准溶液;
- f) 硫酸铁铵溶液:

配制:称硫酸铁铵 14 g,溶于 100 mL 水中,过滤,加硝酸 10 mL,贮于棕色瓶中。

4.7.2 试样溶液的制备

称取 2 g 试样,精确至 0.001 g,准确加水 200 mL,搅拌均匀,放置 30 min(其间不停搅动)用干燥滤纸过滤,如滤液有色,则加 2 g 活性炭不时搅动下放置 1 h,再用干燥滤纸过滤,如仍有有色则更换活性炭重新操作。

4.7.3 氯化物(以 NaCl 计)含量的测定

4.7.3.1 分析步骤

取以上试验溶液 50 mL,置于 500 mL 锥形瓶中,加硝酸溶液 2 mL 和硝酸银标准溶液 10 mL(氯化物含量多时要多加些)及硝基苯 5 mL,剧烈摇动到氯化银凝结,加入硫酸铁铵试液 1 mL,用硫氰酸铵标准溶液滴定过量的硝酸银到终点并保持 1 min,同时以同样方法做一空白试验。

4.7.3.2 分析结果的表述

氯化物质量百分含量(X_6)按式(6)计算:

$$X_6 = \frac{(V_1 - V) \times c \times 0.0584}{m \times 50/200} \times 100 = \frac{(V_1 - V) \times c \times 23.36}{m} \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中: V ——滴定试样用去 0.1 mol/L 硫氰酸铵标准溶液的体积, mL;

V_1 ——滴定空白溶液用去硫氰酸铵溶液的体积, mL;

c ——硫氰酸铵标准溶液之浓度, mol/L;

0.0584——与 1.00 mL 硫氰酸铵标准滴定溶液 [$c(\text{NH}_4\text{CNS})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的,以克表示的氯化钠质量。

m ——试料质量, g。

4.7.3.3 允许差

二次平行测定结果的差不大于 0.3%, 取其算术平均值作为测定结果。

4.7.4 硫酸盐(以 Na₂SO₄ 计)含量的测定

4.7.4.1 试剂和材料

- a) 氨水;
- b) 氢氧化钠:0.2 g/L 溶液;
- c) 盐酸:(1+99)溶液;
- d) 乙醇:95%;
- e) 四羟基苯醌二钠-氯化钾:混合试剂等量混合;
- f) 硫酸:c(1/2H₂SO₄)=0.1 mol/L 标准溶液;
- g) 酚酞:10 g/L 乙醇溶液;
- h) 玫瑰红酸钠指示液:称取玫瑰红酸钠 0.1 g,溶于 10 mL 水中(现配现用)。
- i) 氯化钡:c(1/2BaCl₂)=0.1 mol/L 标准溶液;

配制:称取氯化钡 12.25 g,溶于蒸馏水 500 mL,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

标定:吸取硫酸标准溶液 20 mL,加水 50 mL,并用氨水中和到亮黄试纸呈碱性反应,然后用氯化钡标准溶液滴定,以玫瑰红酸钠指示液作液外指示,在滤纸上呈现玫瑰红色斑点保持 2 min 不退为终点。

氯化钡标准溶液的浓度(X₇)按式(7)计算:

$$X_7 = \frac{V_1 \times c}{V_2} \dots\dots\dots(7)$$

式中: V₁——硫酸标准溶液体积, mL;
 V₂——氯化钡标准溶液体积, mL;
 c——硫酸标准滴定溶液浓度, mol/L。

4.7.4.2 分析步骤

吸取试验溶液 25 mL,置于 250 mL 锥形瓶中,加酚酞指示剂 1 滴,滴加氢氧化钠溶液呈粉红色,然后滴加盐酸溶液到粉红色消失,再加乙醇 30 mL 和四羟基苯二钠-氯化钾混合指示剂 0.4 g,摇匀,溶解后不断摇动下以氯化钡标准溶液滴定到溶液呈玫瑰红色为终点,在滴定时要用灯光从侧面照射仔细观察,另用玫瑰红酸钠指示液作液外指示,同时以相同方法做空白试验。

4.7.4.3 分析结果的表述

硫酸钠的质量百分含量(X₈)按式(8)计算:

$$X_8 = \frac{(V - V_1) \times c \times 0.071}{m} \times \frac{200}{25} \times 100$$

$$= \frac{(V - V_1) \times c \times 56.8}{m} \dots\dots\dots(8)$$

式中: V——滴定试样溶液耗用氯化钡标准溶液的体积, mL;
 V₁——滴定空白溶液耗用氯化钡标准溶液的体积, mL;
 c——氯化钡标准溶液的实际浓度, mol/L;

0.071——与 1.00 mL 氯化钡标准滴定溶液[c(1/2BaCl₂)=1.000 mol/L]相当的,以克表示的硫酸钠质量, g;

m——试料的质量, g。

氯化物及硫酸盐的质量百分含量总和(X₉)按式(9)计算:

$$X_9 = X_6 + X_8 \dots\dots\dots(9)$$

式中: X₆——氯化物质量的百分含量, %;
 X₈——硫酸盐质量的百分含量, %;
 X₆+X₈ 的和不得大于 4.0%。

4.7.4.4 允许差

二次平行测定结果的差不大于0.1%，取其算术平均值作为测定结果。

4.8 副染料含量的测定

4.8.1 方法提要

用纸上层析法将各组份分离，洗脱，然后用分光光度法定量。

4.8.2 试剂和材料

- a) 无水乙醇；
- b) 正丁醇；
- c) 丙酮:1+1 溶液；
- d) 氨水:4+96 溶液；
- e) 碳酸氢钠:4 g/L 溶液。

4.8.3 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:φ240 mm×300 mm；
- d) 微量进样器:100 μL；
- e) 纳氏比色管:50 mL,具磨口塞；
- f) 玻璃砂芯漏斗3号。

4.8.4 分析步骤

4.8.4.1 纸上层析条件

展开剂:正丁醇+无水乙醇+氨水溶液=6+2+3；

温度:20~25℃。

4.8.4.2 试样洗出液的制备

称取1 g 亮蓝试样,精确至0.01 g,置于烧杯中,加入适量水溶解后,移入100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀,用微量进样器吸取100 μL,均匀地点在离滤纸底边25 mm 的一条基线上,成一直线,使其溶液在滤纸上的宽度不超过5 mm,长度为130 mm,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10 mm,待展开剂前沿线上升至150 mm 或直到副染料分离满意为止(参见图2),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600 mm×600 mm 的滤纸上相邻部位裁取)。

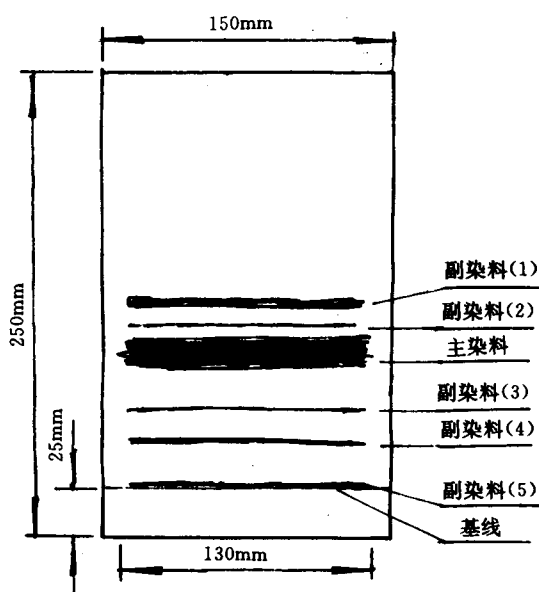


图2 副染料层析示意图

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5 mm × 15 mm 的细条,分别置于50 mL 的纳氏比色管中,各准确加入丙酮溶液5 mL,摇动3~5 min 后,再准确加入碳酸氢钠溶液20 mL 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50 mm 比色皿,在分光光度计上测定吸光度。

以丙酮溶液5 mL 和碳酸氢钠溶液20 mL 混合液作参比液。

4.8.4.3 标准洗出液的制备

准确吸取上述1%试验溶液3 mL 移入100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用微量进样器吸取100 μL,均匀地点在离滤纸底边25 mm 的一条基线上,用冷风吹干,将滤纸放入层析缸中,展开剂前沿线仅上升40 mm,取出吹干后从基线至离展开剂前沿以下3 mm 处都剪下,萃取操作同上,用10 mm 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条件下展开,按相同方法操作后测萃取液的吸光度。

4.8.4.4 分析结果的表述

副染料的质量百分含量(X_{10})按式(10)计算:

$$X_{10} = \frac{[(A_1 - b_1) + \dots + (A_n - b_n)]/5}{A_s - b_s} \times 3 \times S \quad \dots\dots\dots(10)$$

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

A_s ——标准萃取液以10 mm 光径长度计算的吸光度;

b_s ——标准对照空白萃取液以10 mm 光径长度计算的吸光度。

5——折算成以10 mm 光径长度计算的比数;

3——以1%试验溶液作基础的标准萃取液的参比浓度, %;

S ——试料的总含量, %。

4.8.4.5 允许差

二次平行测定结果的差不大于0.2%,取其算术平均值作为测定结果。

4.9 砷含量的测定

4.9.1 试剂和材料

- a) 无砷金属锌;
- b) 硝酸;
- c) 盐酸;
- d) 高氯酸;
- e) 硫酸:1+1 溶液;
- f) 硝酸-高氯酸混合液:3+1 溶液;
- g) 碘化钾:200 g/L 溶液;
- h) 氯化亚锡:400 g/L 盐酸溶液,按 GB/T 603 配制;
- i) 砷标准溶液:按 GB/T 602 配制后、稀释 100 倍、1 mL 含砷 0.001 mg;
- j) 乙酸铅棉花:按 GB/T 603 配制;
- k) 溴化汞试纸:按 GB/T 603 配制。

4.9.2 仪器、设备

按 GB/T 8450 食品添加剂中砷的测定方法中砷斑法的装置。

4.9.3 分析步骤

称取试样 1 g,精确至 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中,加硝酸 1.5 mL 和硫酸 5 mL,用小火加热赶出二氧化氮气体,待溶液变成棕色,停止加热,放冷后加入硝酸-高氯酸混合液 5 mL,强火加热直至溶液呈透明无色或微黄色,如仍不透明,放冷后再补加硝酸-高氯酸混合液 1 mL,继续加热至溶液澄清无色或微黄色并产生白烟,停止加热,放冷后加水 5 mL 加热至沸,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,放冷后移入 100 mL 锥形瓶中,用水 30 mL 分次洗涤烧瓶,洗液一并倒入锥形瓶中,加盐酸 4 mL,碘化钾溶液 4 mL 及氯化亚锡溶液 5 滴,摇匀,放置 10 min,加无砷金属锌粒 2 g,迅速将装有乙酸铅棉花及溴化汞试纸的玻璃管装上,在 25~30℃ 暗处放置 1 h,溴化汞试纸所显颜色不得深于标准。

同时以相同方法做一空白试验。

标准管制备:将上述空白试液加入砷标准溶液 1 mL 后,与样品管同时同样处理。

4.10 重金属含量的测定

4.10.1 方法提要

样品经干法消解处理后,用乙酸溶液溶解,以氰化钾消除铁、铜离子等干扰,在 pH 等于 8 时与硫化钠生成硫化物沉淀,进行限量比色。

4.10.2 试剂和材料

- a) 蔗糖;
- b) 冰乙酸:1+4 溶液;
- c) 氨水:1+2 溶液;
- d) 硫化钠:100 g/L 溶液;
- e) 氰化钾:分析纯,100 g/L 溶液;
- f) 调色板:取适量蔗糖在烧杯中加热焦化后,加水溶解,过滤备用;
- g) 铅标准溶液:使用时稀释 10 倍,1 mL 含铅 0.01 mg。

4.10.3 分析步骤

a 管:称取 2 g 试样,精确至 0.01 g,置于坩埚中,在低温下炭化后,在 500~550℃ 灰化,冷却后在灰分中加乙酸溶液 5 mL,搅拌使之溶解,加水 10 mL,稀释后用定性滤纸直接过滤在 50 mL 纳氏比色管中,并用 15 mL 分次洗涤残渣,滤液用稀氨水调节至 pH 等于 8(pH 试纸检查),加氰化钾溶液 2 mL 及无色硫化钠溶液 4 滴,加水稀释至刻度,摇匀,在暗处放置 10 min,与 b 管比较其颜色,不得深于标准。

b 管:取乙酸溶液 5 mL 及水 25 mL,用定性滤纸直接入另一个 50 mL 纳氏比色管中,加铅标准溶液 2 mL,以下操作与试样管同时同样处理。

如试验溶液加入氨水后产生浑浊,则需要重做,如加入氨水后溶液泛黄,需将标准液以调色液调至颜色与试样液相同,再加氰化钾溶液与硫化钠溶液后放置 10 min 比色。

4.11 锰的测定

4.11.1 试剂和材料

- a) 硝酸;
- b) 高氯酸;
- c) 硫酸:1+1 溶液;
- d) 硝酸-高氯酸混合液:3+1 溶液;
- e) 锰标准溶液:按 GB/T 602 配制后再稀释配制成 1 mL 含锰 0、0.25、0.5、1、2 μg 五个标准溶液。

4.11.2 仪器、设备

原子吸收分光光度仪(日立 180—80)。

4.11.3 分析步骤

称取 1 g 试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 烧瓶中,加硝酸 1.5 mL 和硫酸溶液 5 mL,用小火加热逐出二氧化氮气体,待溶液变成棕色、停止加热,冷却后加入硝酸-高氯酸混合液 5 mL,强火加热直到溶液呈透明无色或微黄色,如仍不透明,放冷后再补加硝酸-高氯酸混合液 1 mL,继续加热至溶液澄清无色或微黄色并产生白烟,停止加热,放冷后加水 5 mL 加热至沸,除去残余物的硝酸-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,放冷后移入 50 mL 容量瓶中,用水 20 mL 分次洗涤烧瓶,洗液一并倒入容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,然后用原子吸收分光光度仪以火焰法原子吸收分光光度和浓度直读(5 秒积分模态)进行测量。

同时以相同方法做一空白试验。

4.11.4 测试条件

光源:锰空心阴极灯;

灯电源:5 mA;

波长:279.5 nm;

狭缝:0.4 nm;

火焰:乙炔,0.3 kg/cm^2 (2.3 L/min);空气,1.6 kg/cm^2 (9.4 L/min);

进样时间:5 s。

4.11.5 分析结果的表述

锰百分含量(X_{11})按式(11)计算:

$$X_{11} = \frac{(c - c_1) \times 0.005}{m} \dots\dots\dots(11)$$

式中: c ——试验溶液原子吸收分光光度测量值, μg ;

c_1 ——空白溶液原子吸收分光光度测量值, μg ;

m ——试料质量, g;

0.005——单位换算常数。

此测定项目用于锰法生产之产品。

4.12 铬的测定

4.12.1 试剂和材料

按 4.11.1

4.12.2 仪器、设备

按 4.11.2

4.12.3 分析步骤

按 4.11.3

4.12.4 测试条件

光源:铬空心阴极灯;

灯电源:7.5 mA;

波长:359.3 nm;

狭缝:1.3 nm;

燃烧器:标准型;

火焰:乙炔,0.35 kg/cm²(2.5 L/min);空气:1.6 kg/cm²(9.4 L/min);

进样时间:5 s。

4.12.5 分析结果的表述

铬百分含量(X_{12})按式(12)计算:

$$X_{12} = \frac{(c - c_1) \times 0.005}{m} \dots\dots\dots (12)$$

式中: c ——试验溶液原子吸收分光光度测量值, μg ;

c_1 ——空白溶液原子吸收分光光度测量值, μg ;

m ——试料质量, g;

0.005——单位换算常数。

此测定项目用于铬法生产之产品。

5 检验规则

5.1 食品添加剂亮蓝,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亮蓝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亮蓝的质量进行检验,检验其质量指标是否符合本标准的要求。

5.3 食品添加剂亮蓝以一个生产批号产品为一批。

5.4 采样应从每批包装产品大箱(每大箱为 $10 \times 0.5 \text{ kg}$)总数中任意抽取 10% 大箱,再从抽出的大箱中任意抽取 10% 瓶,从抽出的瓶中,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,一瓶保存。

5.5 如果检验中有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中选取样品进行复验,重新复验的结果,即使只有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格产品。

5.6 如果供需双方对产品质量发生异议需仲裁时,按《中华人民共和国产品质量法》之规定办理。

6 标志和包装

6.1 包装箱上应有明显的标志,内容包括:产品名称、食品添加剂亮蓝生产厂名、生产厂地址、商标、规格、批号、生产日期、保质期、食品卫生许可证号码、箱数(净重)。

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、保质期、净重、使用方法、产品质量符合本标准的证明及标准编号。

6.3 食品添加剂亮蓝装于聚乙烯塑料瓶中,每瓶 0.5 kg,每 10 瓶外套箱固封之。

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 本品在贮运中不得与有毒、有色、有味等物质混装、混运、一起堆放。

6.6 本产品从出厂日期计,保存期为五年。

附录 A

(标准的附录)

三氯化钛标准溶液的制备方法

A1 试剂和材料

按 4.3.1.2

A2 仪器、设备

按图 1。

A3 三氯化钛标准溶液的制备

A3.1 配制

取三氯化钛溶液 100 mL 和浓盐酸 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蒸馏水稀释至刻度,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。

A3.2 标定

称取硫酸亚铁铵 3 g,精确至 0.000 2 g,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蒸馏水 50 mL,使其溶解,再加入硫酸标准溶液 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溶液 45 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,同时以 45 mL 水代替重铬酸钾溶液以相同的方法做一空白试验。

A3.3 三氯化钛标准溶液浓度的表述

三氯化钛标准溶液的浓度(c)按式(A1)计算:

$$c = \frac{V_1 \times c_1}{V_2 - V_3} \quad \dots\dots\dots (A1)$$

式中: V_1 ——重铬酸钾标准溶液体积, mL;

V_2 ——滴定被重铬酸钾标准溶液 [$c(1/6K_2Cr_2O_7) = 0.1 \text{ mol/L}$] 氧化成高铁所用去的三氯化钛溶液的体积, mL;

V_3 ——滴定空白用去三氯化钛溶液的体积, mL;

c_1 ——重铬酸钾标准溶液的实际浓度, mol/L;

注: 以上标定需在分析样品时即时标定。

附录 B

(标准的附录)

异丙醚的预处理

B1 试剂和材料

按 4.6.1。

B2 异丙醚的鉴别

吸取 0.1 mol/L 的硫酸亚铁溶液和 0.1 mol/L 的硫氰酸铵溶液各 25 mL,置于 250 mL 分液漏斗