



中华人民共和国国家标准

GB 7655.2—1996

食 品 添 加 剂
亮 蓝 铝 色 淀

Food additive
Brilliant blue aluminum lake

1996-09-13 发布

1997-05-01 实施

国家技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

食 品 添 加 剂
亮 蓝 铝 色 淀

GB 7655.2 1996

*

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 17 千字

1997年3月第一版 1997年3月第一次印刷

印数 1—2 000

*

书号: 155066·1-13514 定价 10.00 元

*

标 目 304—34

前 言

本标准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色淀试验法和产品标准部分进行制订。

本标准同日本标准主要差异如下：

1. 本标准中产品含量测定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. 本标准中砷的含量测定方法基本上采用 GB/T 8450 通用方法，指标为 $\leq 0.0003\%$ (As)，日本指标为 $\leq 0.0004\%$ (As₂O₃)。

3. 本标准中副染料含量测定采用 WHO/FAO 中的方法，指标为 $\leq 1.2\%$ 。

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。

中华人民共和国国家标准

食品添加剂 亮蓝铝色淀

GB 7655.2—1996

Food additive
Brilliant blue aluminum lake

1 范围

本标准规定了食品添加剂亮蓝铝色淀的要求、试验方法、检验标准、标志和包装。

本标准适用于食品添加剂亮蓝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 $C_{37}H_{36}N_2O_9S_3$

相对分子质量 748.90(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 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的制备(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

GB 7655.1—1996 食品添加剂 亮蓝

3 要求

3.1 外观:蓝色粉末。

3.2 食品添加剂亮蓝铝色淀应符合表 1 要求:

表 1

%

项 目		指 标
含量(以色酸计)	≥	10.0
干燥减量(135±2 C)	≤	30.0
盐酸和氨水中不溶物	≤	0.5

表 1(完)

%

项 目	指 标
水溶性氯化物(以 NaCl 计) 及硫酸盐(以 Na ₂ SO ₄ 计)	≤ 2.0
副染料	≤ 1.2
砷(As)	≤ 0.000 3
重金属(以 Pb 计)	≤ 0.002
钡(Ba)	≤ 0.05

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要求时分别按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定配制。

4.1 外观

用目视测定。

4.2 鉴别

4.2.1 试剂和材料

a) 盐酸;

b) 磷酸氢二钾:13.6 g/L 溶液;

配制:称取磷酸氢二钾 13.6 g 加水溶解,稀释至约 900 mL,再用约 40 g/L 氢氧化钠溶液 70 mL,调节溶液到 pH7,置于 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

c) 氨水:(1+2)溶液;

d) 盐酸:(1+3)溶液;

e) 氢氧化钠:40 g/L 及 100 g/L 溶液;

f) 亮蓝铝色淀标准样品:含量≥10.0%。

4.2.2 仪器、设备

分光光度计。

4.2.3 分析步骤

4.2.3.1 称取 0.5 g 试样,溶于 5 mL 浓盐酸中,置于 500 mL 容量瓶中,加入磷酸氢二钾溶液至刻度,摇匀,然后准确吸取 2 mL 置于 50 mL 容量瓶中,再用磷酸氢二钾溶液稀释至刻度,该溶液的最大吸收波长应为 630±2 nm。

4.2.3.2 称取 0.1 g 试样加入盐酸溶液 5 mL,并在水浴中加热约 5 min,摇动使其溶解,溶液澄清,呈蓝色,冷却,用氨水溶液中和,溶液渐渐变成蓝色胶状沉淀。

4.2.3.3 称取 0.1 g 试样,加入 100 g/L 氢氧化钠溶液 5 mL,在水浴中加热 5 min 摇动溶解,溶液澄清,呈蓝色,冷却,用盐酸溶液中和到中性,形成蓝色胶状沉淀。

4.3 亮蓝铝色淀含量的测定

4.3.1 三氯化钛滴定法

4.3.1.1 方法提要

碱性介质中,染料中的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

量来计算染料百分含量。

4.3.1.2 试剂和材料

- a) 硫酸亚铁铵；
- b) 盐酸；
- c) 三氯化钛；
- d) 柠檬酸三钠；
- e) 硫氰酸铵：200 g/L 溶液；
- f) 硫酸：(1+9)、(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) 三氯化钛标准溶液 $c(TiCl_3)=0.1 \text{ mol/L}$ ，新配制的，配制方法按 GB 7655.1—1996 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，加(1+9)硫酸溶液 80 mL，在(40~50℃)下搅拌溶解，移入 250 mL 容量瓶中，用新煮沸并已冷却至室温的水稀释至刻度，摇匀，准确吸取 50 mL，置于 500 mL 锥形瓶中，加入柠檬酸三钠 30 g，水 200 mL，按 GB 7655.1—1996 中图(1)装好仪器，在液面下通入二氧化碳气流的同时加热至沸，并用三氯化钛标准滴定到无色为终点。

4.3.1.4 分析结果的表述

亮蓝铝色淀的质量百分含量(X_1)、按式(1)计算：

$$X_1 = \frac{V \times c \times 0.3745}{m \times 50/250} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

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；

0.3745——与 1.00 mL 三氯化钛标准滴定溶液($c(TiCl_3)=1.000 \text{ mol/L}$)相等的，以克表示的亮蓝铝色淀质量；

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。

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

- a) 酒石酸氢钠；
- b) 亮蓝铝色淀标准样品：含量 $\geq 10.0\%$ 。

4.3.2.3 仪器、设备

分光光度计，附 10 mm 比色皿。

4.3.2.4 分析步骤

a) 亮蓝铝色淀标样溶液的制备

称取亮蓝铝色淀标准品 0.5 g，精确至 0.000 2 g，加入水 20 mL 和酒石酸氢钠约 2 g，加热至 80~90℃，溶解后移入 500 mL 的容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，准确吸取 10 mL 移入 250 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

b) 亮蓝铝色淀试样溶液的制备

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同在 630 ± 2 nm 波长处用 10 mm 比色皿在分光光度计上测量各自的吸光度。以水作参比液。

4.3.2.5 分析结果的表述

亮蓝铝色淀的质量百分含量(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 ——亮蓝铝色淀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

按 GB 7655.1—1996 中的 4.4。

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:(3+7)溶液;
- c) 氨水:(4+96)溶液;
- d) 硝酸银: $c(\text{AgNO}_3)=0.1$ mol/L 溶液。

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 $70 \sim 80$ °C 的水浴中加热 30 min, 放冷, 用已在 135 ± 2 °C 烘至恒重的 C4 砂芯坩埚过滤, 用水将烧杯中的不溶物冲洗到坩埚中, 洗涤至洗液无色后, 再用氨水溶液 100 mL 洗涤, 用盐酸溶液 10 mL 洗涤, 以后用水洗到溶液用硝酸银溶液检测无白色沉淀, 然后放入 135 ± 2 °C 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_3)按式(3)计算:

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

式中: m_2 ——干燥后不溶物质量, g;

m_1 ——试料质量, g。

4.5.4 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。

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

4.6.1 试剂和材料

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

4.6.2 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。

4.6.3 氯化物（以 NaCl 计）含量的测定

4.6.3.1 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。

4.6.3.2 分析结果的表述

氯化物质量百分含量(X_4)按式(4)计算：

$$X_4 = \frac{(V_1 - V) \times c \times 0.0584}{m \times 50/200} \times 100 = \frac{(V_1 - V) \times c \times 23.36}{m} \dots\dots\dots(4)$$

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。

4.6.3.3 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。

4.6.4 硫酸盐（以 Na_2SO_4 计）含量的测定

4.6.4.1 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： $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$ 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： $c(1/2\text{BaCl}_2) = 0.1 \text{ mol/L}$ 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(X_5)按式(5)计算：

$$X_5 = \frac{V_1 \times c}{V_2} \dots\dots\dots(5)$$

式中： V_1 ——硫酸标准溶液体积，mL；

V_2 ——氯化钡标准溶液体积，mL；

c ——硫酸标准滴定溶液浓度，mol/L。

4.6.4.2 分析步骤

吸取试样溶液 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,溶解后在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。

4.6.4.3 分析结果的表述

硫酸钠的质量百分含量(X_6)按式(6)计算:

$$X_6 = \frac{(V - V_1) \times c \times 0.071}{m} \times \frac{200}{25} \times 100 = \frac{(V - V_1) \times c \times 56.8}{m} \dots\dots\dots(6)$$

式中: V ——滴定试样溶液耗用氯化钡标准溶液的体积, mL;

V_1 ——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 氯化钡标准溶液 [$c(1/2\text{BaCl}_2) = 1.000 \text{ mol/L}$] 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 X_7 按式(7)计算:

$$X_7 = X_4 + X_6 \dots\dots\dots(7)$$

式中: X_4 ——氯化物质量的百分含量, %;

X_6 ——硫酸盐质量的百分含量, %;

$X_4 + X_6$ 的和不得大于 2.0%。

4.6.4.4 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。

4.7 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分离,洗脱,然后用分光光度法定量。

4.7.2 试剂和材料

按 GB 7655.1—1996 中的 4.8.2。

4.7.3 仪器、设备

按 GB 7655.1—1996 中的 4.8.3。

4.7.4 分析步骤

按 GB 7655.1—1996 中的 4.8.4.1。

4.7.4.1 试样洗出液的制备

称取试样 2 g,精确至 0.01 g,置于烧杯中,加入水 80 mL 和酒石酸氢钠 5 g,缓缓加热至 80~90°C,搅拌使其溶解,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用微量进样器准确吸取上述 2% 溶液 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 或直至副染料分离满意为止,取出,用吹风机以冷风吹干。

同时用空白滤纸在相同条件下展开,该空白滤纸必须和样品溶液展开用的滤纸在同一张(600 mm \times 600 mm)的滤纸上相邻部位裁取。

副染料纸上层析图按 GB 7655.1—1996 中的副染料纸上层析图 2。

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,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,将滤液倒入厚度为 50 mm 的比色皿中用分光光度计在副染料各自的吸收波长测定吸光度。

以丙酮溶液 5 mL 和碳酸氢钠溶液 20 mL 混合液作参比液。

4.7.4.2 标样洗出液的制备

准确吸取上述 2% 试样溶液 6 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 μ L, 均匀地点在离滤纸底边 25 mm 的一条基线上, 待展开剂前沿仅上升 40 mm, 取出后吹干, 剪下展开的所有染料部分, 萃取操作同上制备, 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。

4.7.4.3 分析结果的表述

副染料质量百分含量(X_8)按式(8)计算:

$$X_8 = \frac{[(A_1 - b_1) + \dots + (A_n - b_n)]/5}{(A_s - b_s)} \times 6 \times S \quad \dots\dots\dots(8)$$

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 10 mm 光径长度的比数;

6——以 2% 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, %。

4.7.4.4 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。

4.8 砷含量的测定

按 GB 7655.1—1996 中 4.9。

4.9 重金属含量的测定

4.9.1 方法提要

试样高温下进行炭化, 灰化, 放冷后加酸溶解过滤, 稀释至一定体积, 在 pH 等于 4 时, 加入硫化钠, 然后进行限量比色。

4.9.2 试剂和材料

- a) 硫酸;
- b) 盐酸;
- c) 硝酸;
- d) 盐酸:(1+3)溶液;
- e) 醋酸铵:(1+9)溶液;
- f) 硫化钠:100 g/L 溶液;
- g) 铅标准溶液:使用时稀释 10 倍, 1 mL 含铅 0.01 mg。

4.9.3 分析步骤

称取试样 2 g, 精确至 0.01 g, 放入瓷制坩埚中, 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 慢慢加热至硫酸蒸气几乎不再发生, 放入电炉中在 450~550 $^{\circ}$ C 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, 加热溶解, 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, 残留物用盐酸溶液约 30 mL 洗涤, 将滤液及洗液合并, 在水浴上蒸发干涸, 再加盐酸酸溶液 10 mL, 加热溶解, 冷却后, 过滤, 用少量水洗涤, 合并滤液及洗液, 用醋酸铵溶液调节至 pH 等于 4, 加水配至 100 mL, 作为试样液。另外进行同样的操作, 作为空白试验。

吸取试样溶液 40 mL, 加水配至 50 mL, 作为检测液。吸取空白试验液 40 mL, 加铅标准溶液 2 mL, 加水配成 50 mL, 作为比较液。

4.10 钡含量的测定

4.10.1 试剂和材料

- a) 硫酸;
- b) 硫酸:(1+19)溶液;
- c) 盐酸:(1+3)溶液。

4.10.2 分析步骤

准确称取试样 1 g,精确至 0.01,放于白金坩埚中,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气为止,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 时,不得混浊。

5 检验规则

5.1 食品添加剂亮蓝铝色淀质量检验中,钡的含量测定为型式检验,每季度抽检一次,其他 7 个项目为出厂检验。

5.2 除每大箱为 10×200 g 外,其他均按 GB 7655.1—1996 中第 5 章。

6 标志、包装

6.1 除小包装每瓶为 200 g 外,其他均见 GB 7655.1—1996 中第 6 章。



GB 7655.2—1996

版权专有 不得翻印

*

书号:155066·1-13514

定价: 10.00 元

*

标目 304--34