

# 中华人民共和国国家标准

GB 17511.1—1998

---

## 食 品 添 加 剂 诱 惑 红

Food additive  
Fancy (Allura) red

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《日本食品添加物公定书(1992年第六版)》，根据该书中“食用红色40号(诱惑红)”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，以三氯化钛法作为仲裁方法。

2. 本标准干燥减量、氯化物(以NaCl计)及硫酸盐(以 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 计)总量指标为 $\leq 15.0\%$ ，日本标准分列为干燥减量指标为 $\leq 10.0\%$ ，氯化物及硫酸盐指标为 $\leq 5.0\%$ 。

3. 本标准中氯化物(以NaCl计)及硫酸盐(以 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 计)的测定方法为化学滴定法，日本标准采用离子色谱法。

4. 本标准中砷含量测定采用GB/T 8450—1987《食品添加物中砷的测定方法》，指标为 $\leq 0.0001\%$ (As)、日本指标为 $\leq 0.0004\%$ ( $\text{As}_2\text{O}_3$ )。

本标准的附录A是标准的附录。

本标准由中华人民共和国原化学工业部提出。

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：丁德毅、盛邦国、邸进军、应慧茹、施怀炯、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 诱惑红

GB 17511.1—1998

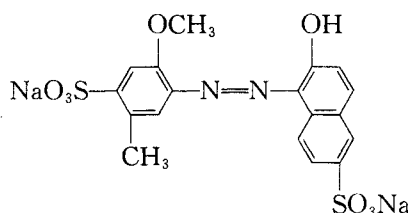
Food additive  
Fancy (Allura) red

### 1 范围

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

本标准适用于 4-氨基-5-甲氧基-2-甲基苯磺酸经重氮后与 6-羟基-2-萘磺酸钠偶合而成的染料。本品可添加于食品中,作着色剂用。

结构式:



分子式:  $C_{18}H_{14}N_2Na_2O_8S_2$

相对分子质量: 496.43(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—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/T 8450—1987 食品添加剂中砷的测定方法

### 3 要求

3.1 外观:本品为暗红色粉末。

3.2 食品添加剂诱惑红应符合表 1 要求:

表 1 要求

%

项 目	指 标
含量 $\geq$	85.0
干燥减量、氯化物(以 NaCl 计)及硫酸盐(以 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 计)总量 $\leq$	15.0
水不溶物 $\leq$	0.20
低磺化副染料 $\leq$	1.0
高磺化副染料 $\leq$	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 $\leq$	1.0
6-羟基-2-萘磺酸钠 $\leq$	0.30
4-氨基-5-甲氧基-2-甲基苯磺酸 $\leq$	0.20
6,6'-氧代-双(2-萘磺酸)二钠盐 $\leq$	1.0
未磺化芳族伯胺(以苯胺计) $\leq$	0.01
砷(As) $\leq$	0.000 1
重金属(以 Pb 计) $\leq$	0.002
铅(Pb) $\leq$	0.001

#### 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) 硫酸溶液:1+100;
- b) 乙酸铵溶液:1.5 g/L。

###### 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,溶于 1 000 mL 水中,呈红色澄清溶液。

4.2.3.2 取 4.2.3.1 中红色澄清溶液 40 mL,加入硫酸溶液 10 mL 后该溶液呈暗紫红色,取此液 2~3 滴加入 5 mL 水中,呈红色溶液。

4.2.3.3 称取 0.1 g 试样,溶于 100 mL 乙酸铵溶液,取此溶液 1 mL 加乙酸铵溶液配至 100 mL,该溶液的最大吸收波长为  $499 \text{ nm} \pm 2 \text{ nm}$ 。

##### 4.3 诱惑红含量的测定

###### 4.3.1 三氯化钛滴定法(仲裁法)

###### 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) 柠檬酸三钠;

- b) 三氯化钛标准溶液： $c(\text{TiCl}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ ，新配制。配制方法见附录 A(标准的附录)；
- c) 钢瓶装二氧化碳。

4.3.1.3 分析步骤

称取约 5 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 500 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

诱惑红的质量百分含量  $X_1$  按式(1)计算：

$$X_1 = \frac{V \cdot c \times 0.1241}{m \times \frac{50}{500}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

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；

0.1241——与 1.00 mL 三氯化钛标准滴定溶液 [ $c(\text{TiCl}_3)=1.000 \text{ mol/L}$ ] 相当的以克表示的诱惑红质量；

$m$ ——试料的质量，g。

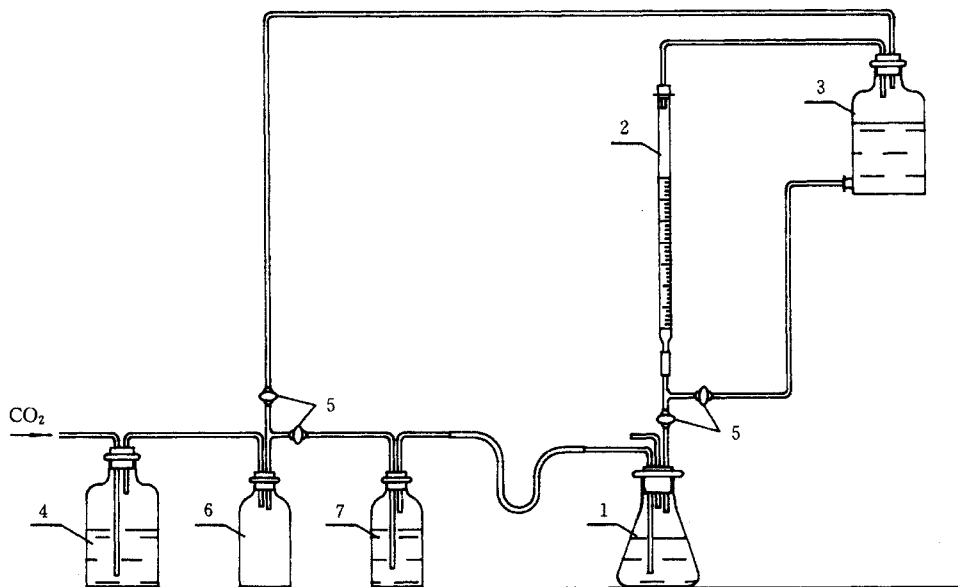
4.3.1.5 允许差

二次平行测定结果之差不大于 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制成溶液后，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。



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 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)；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

4.3.2.2 试剂和材料

乙酸铵溶液:1.5 g/L。

4.3.2.3 仪器、设备

- a) 分光光度计;
- b) 比色皿:10 mm。

4.3.2.4 诱惑红标样溶液的配制

称取诱惑红标准样品 0.5 g,精确至 0.000 2 g,溶于 1 000 mL 乙酸铵溶液中。取此液 10 mL,加乙酸铵溶液配至 500 mL。

4.3.2.5 诱惑红试验溶液的配制

同标样溶液的配制。

4.3.2.6 测试方法

将标样溶液和试验溶液置于 10 mm 比色皿中,在 499 nm±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。

4.3.2.7 分析结果的表述

诱惑红的质量百分含量  $X_2$  按式(2)计算:

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

式中:  $A$ ——试验溶液的吸光度;  
 $A_s$ ——标样溶液的吸光度;  
 $X_s$ ——诱惑红标准样品的质量百分含量(三氯化钛法)。

4.3.2.8 允许差

二次平行测定结果之差不大于 2%,取其算术平均值作为测定结果。

4.4 干燥减量、氯化物(以 NaCl 计)及硫酸盐(以  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  计)总量的测定

4.4.1 干燥减量的测定

4.4.1.1 分析步骤

称取约 2 g 试样,精确至 0.01 g,置于已恒重的  $\phi(30\sim40)$  mm 的称量瓶中,在 135℃±2℃ 恒温烘箱中烘至恒重。

4.4.1.2 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:

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

式中:  $m$ ——试料干燥前的质量,g;  
 $m_1$ ——试料干燥至恒重后的质量,g。

4.4.1.3 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。

4.4.2 氯化物(以 NaCl 计)含量的测定

4.4.2.1 试剂和材料

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

## f) 硫酸铁铵溶液:

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

## 4.4.2.2 试验溶液的配制

称取约 2 g 试样,精确至 0.001 g,准确加水 200 mL,加活性炭 10 g,再加 1 mL 硝酸,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,如仍有色则更换活性炭重新操作。

## 4.4.2.3 测试方法

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,加入硫酸铁铵溶液 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。

## 4.4.2.4 分析结果的表述

氯化物(以 NaCl 计)质量百分含量  $X_4$  按式(4)计算:

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

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

$V_1$ ——滴定空白溶液耗用硫氰酸铵标准溶液的体积, mL;

$c$ ——硫氰酸铵标准溶液的实际浓度, mol/L;

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

$m$ ——试料质量, g。

## 4.4.2.5 允许差

二次平行测定结果之差不大于 0.3%, 取其算术平均值作为测定结果。

4.4.3 硫酸盐(以  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  计)含量的测定

## 4.4.3.1 试剂和材料

- a) 氨水;
- b) 氢氧化钠溶液: 0.2 g/L;
- c) 盐酸溶液: 1+99;
- d) 乙醇: 95%;
- e) 四羟基苯醌二钠-氯化钾混合试剂: 等量混合;
- f) 硫酸标准溶液:  $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$ ;
- g) 酚酞乙醇溶液: 10 g/L;
- h) 玫瑰红酸钠指示液: 称取玫瑰红酸钠 0.1 g, 溶于水 10 mL(现配现用)。
- i) 氯化钡标准溶液:  $c(1/2\text{BaCl}_2) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

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  $X_5$  (mol/L)按式(5)计算:

$$X_5 = \frac{V \cdot c}{V_1} \dots\dots\dots(5)$$

式中:  $V$ ——硫酸标准溶液体积, mL;

$V_1$ ——氯化钡标准溶液体积, mL;

$c$ ——硫酸标准溶液的实际浓度, mol/L。

## 4.4.3.2 分析步骤

吸取试验溶液 25 mL,置于 250 mL 锥形瓶中,加酚酞乙醇指示液 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 和四羟基苯醌二钠-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作比较。同时以相同方法做空白试验。

## 4.4.3.3 分析结果的表述

硫酸盐(以  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  计)的质量百分含量  $X_6$  按式(6)计算:

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

$$= \frac{(V - V_1) \cdot c \times 56.8}{m} \dots\dots\dots(6)$$

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 氯化钡标准滴定溶液 [ $c(1/2\text{BaCl}_2) = 1.000 \text{ mol/L}$ ] 相当的以克表示的硫酸钠质量;

$m$ ——试料的质量, g。

## 4.4.3.4 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。

## 4.4.4 分析结果的表述

干燥减量的质量百分含量, 氯化物(以  $\text{NaCl}$  计)的质量百分含量及硫酸盐(以  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  计)的质量百分含量的总和  $X_7$  按式(7)计算:

$$X_7 = X_3 + X_4 + X_6 \dots\dots\dots(7)$$

式中:  $X_3$ ——干燥减量的质量百分含量, %;

$X_4$ ——氯化物的质量百分含量, %;

$X_6$ ——硫酸盐的质量百分含量, %。

## 4.5 水不溶物含量的测定

## 4.5.1 分析步骤

称取约 3 g 试样, 精确至 0.01 g, 置于 500 mL 烧杯中, 加入 50~60°C 水 250 mL 使之溶解, 用已在 135°C ± 2°C 烘至恒重的 4 号玻璃砂坩埚过滤, 并用热水充分洗涤到洗涤液无色, 在 135°C ± 2°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  $X_8$  按式(8)计算:

$$X_8 = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots(8)$$

式中:  $m_1$ ——干燥后水不溶物的质量, g;

$m$ ——试料的质量, g。

## 4.5.3 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 低磺化副染料含量的测定

## 4.6.1 试剂和材料

a) 甲醇;

b) 乙酸铵溶液: 7.8 g/L。

## 4.6.2 仪器

液相色谱仪。

## 4.6.3 试验溶液的配制

称取 0.01 g 诱惑红试样,精确至 0.000 2 g,加乙酸铵溶液溶解,准确配至 100 mL,以此为试验溶液。

## 4.6.4 标准溶液的配制

称取 0.01 g 克力西丁磺酸偶氮  $\beta$ -萘酚,精确至 0.000 2 g。置于真空干燥器中干燥 24 h,溶于 5 mL 甲醇,加乙酸铵溶液准确配至 100 mL。另外称取 0.01 g 克力西丁偶氮薛佛氏酸盐,精确至 0.000 2 g。置于真空干燥器中干燥 24 h,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,用乙酸铵溶液准确配至 100 mL 作为标准溶液。

## 4.6.5 测试条件

检测器:可见光吸收检测器(检测波长:515 nm);

柱填充剂:化学键型十八烷基硅(5  $\mu$ m);

柱:内径 4.6 mm,长度 15 cm 的不锈钢管;

柱温:40℃;

流动相:a. 乙酸铵溶液:7.8 g/L;

b. 甲醇;

浓度梯度:50 min 线性浓度梯度从 A : B(100 : 0)至 A : B(0 : 100);

流动速度:1 mL/min。

## 4.6.6 测试方法

在以上给定测试条件下分别量取 20  $\mu$ L 试验溶液及标准溶液直接进行液相色谱检测,然后测定各标准溶液物质的峰高或峰面积,制成标准曲线。测定试验溶液中克力西丁磺酸偶氮  $\beta$ -萘酚和克力西丁偶氮薛佛氏酸的峰高或峰面积,根据上述标准曲线求出各自物质的含量,再求其合计值。

## 4.7 高磺化副染料含量的测定

## 4.7.1 试剂和材料

同 4.6.1。

## 4.7.2 仪器

同 4.6.2。

## 4.7.3 试验溶液的配制

准确吸取 20  $\mu$ L 按 4.6.3 配制的试验溶液作为试液。

## 4.7.4 标准溶液的配制

称取 0.01 g 克力西丁磺酸偶氮 G 盐和克力西丁磺酸偶氮 R 盐,分别精确至 0.000 2 g。置于真空干燥器中干燥 24 h,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,用乙酸铵溶液准确配至 100 mL 作为标准溶液。

## 4.7.5 测试条件

按 4.6.5 规定的测试条件。

## 4.7.6 测试方法

分别量取 20  $\mu$ L 试验溶液及标准溶液直接进行液相色谱检测,然后测定各标准溶液物质的峰高或峰面积,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 盐的峰高或峰面积,根据上述标准曲线求出各自物质的含量,再求其合计值。

## 4.8 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-萘磺酸二钠

## 盐含量的测定

### 4.8.1 试剂和材料

同 4.6.1。

### 4.8.2 仪器

同 4.6.2。

### 4.8.3 试验溶液的配制

准确吸取 20  $\mu\text{L}$  按 4.6.3 配制的试验溶液作为试液。

### 4.8.4 标准溶液的配制

称 0.01 g 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,精确至 0.000 2 g。置于真空干燥器中干燥 24 h,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,用乙酸铵溶液准确配至 100 mL 作为标准溶液。

### 4.8.5 测试条件

按 4.6.5 规定的测试条件。

### 4.8.6 测试方法

分别量取 20  $\mu\text{L}$  试验溶液及各标准溶液直接进行液相色谱检测,然后测定标准溶液中物质的峰高或峰面积,制成标准曲线,测定试液中该物质的峰高或峰面积,根据上述标准曲线求出本物质含量。

## 4.9 6-羟基-2-萘磺酸钠含量的测定

### 4.9.1 试剂和材料

同 4.6.1。

### 4.9.2 仪器

同 4.6.2。

### 4.9.3 试验溶液的配制

准确吸取 20  $\mu\text{L}$  按 4.6.3 配制的试验溶液作为试液。

### 4.9.4 标准溶液的配制

称取 0.01 g 6-羟基-2-萘磺酸钠,精确至 0.000 2 g,置于真空干燥器中干燥 24 h,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,用乙酸铵溶液准确配至 100 mL 作为标准溶液。

### 4.9.5 测试条件

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 4.6.5 规定的测试条件。

### 4.9.6 测试方法

分别用 20  $\mu\text{L}$  试验溶液及各标准溶液直接进行液相色谱检测,然后测定各标准溶液中 6-羟基-2-萘磺酸钠的峰高或峰面积,制成标准曲线,测定试验溶液中 6-羟基-2-萘磺酸钠的峰高或峰面积,根据上述标准曲线求出本物质含量。

## 4.10 4-氨基-5-甲氧基-2-甲基苯磺酸含量的测定

### 4.10.1 试剂和材料

同 4.6.1。

### 4.10.2 仪器

同 4.6.2。

### 4.10.3 试验溶液的配制

准确吸取 20  $\mu\text{L}$  按 4.6.3 配制的试验溶液作为试液。

### 4.10.4 标准溶液的配制

称取 0.01 g 4-氨基-5-甲氧基-2-甲基苯磺酸,精确至 0.000 2 g,置于真空干燥器中干燥 24 h,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。

#### 4.10.5 测试条件

按 4.9.5 规定的测试条件。

#### 4.10.6 测试方法

分别量取 20  $\mu$ L 试验溶液及各标准溶液直接进行液相色谱检测,然后测定各标准溶液中 4-氨基-5-甲氧基-2-甲基苯磺酸的峰高或峰面积,制成标准曲线,测定试验溶液中 4-氨基-5-甲氧基-2-甲基苯磺酸的峰高或峰面积,根据上述标准曲线求出本物质的含量。

#### 4.11 6,6'-氧代-双(2-萘磺酸)二钠盐含量的测定

##### 4.11.1 试剂和材料

同 4.6.1。

##### 4.11.2 仪器

同 4.6.2。

##### 4.11.3 试验溶液的配制

准确吸取 20  $\mu$ L 按 4.6.3 配制的试验溶液作为试液。

##### 4.11.4 标准溶液的配制

称取 0.01 g 6,6'-氧代-双(2-萘磺酸)二钠盐,精确至 0.000 2 g。置于真空干燥器中干燥 24 h,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。

##### 4.11.5 测试条件

按 4.9.5 规定的测试条件。

##### 4.11.6 测试方法

分别用 20  $\mu$ L 试液及各标准溶液直接进行液相色谱检测,然后测定各标准液中 6,6'-氧代-双(2-萘磺酸)二钠盐的峰高或峰面积,制成标准曲线,测定试液中 6,6'-氧代-双(2-萘磺酸)二钠盐的峰高或峰面积,根据上述标准曲线求出本物质含量。

#### 4.12 未磺化芳族伯胺(以苯胺计)总含量的测定

##### 4.12.1 试剂和材料

- a) 甲醇;
- b) 氯仿;
- c) 苯胺;
- d) 氢氧化钠溶液:40 g/L;
- e) 硫酸溶液:0.15+100;
- f) 磷酸二氢钠溶液:15.2 g/L;

配制:称取 15.2 g 磷酸二氢钠加水溶解,用约 0.1 mL 硫酸溶液(1+4),置于 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

- g) 色谱用硅藻土。

##### 4.12.2 仪器

液相色谱仪。

##### 4.12.3 试验溶液的配制

称取 1.0 g 诱惑红试样,精确至 0.001 g,加 10 mL 水和 2 滴氢氧化钠溶液,在水浴中加热溶解制得样品溶液。

装填色谱用硅藻土至内径约 2.5 cm 的玻璃管中,制成 10 cm 高的色谱用硅藻土层作为吸收柱,将样品溶液加入该柱中使其流下,每次用 2 mL 水,共三次洗涤制备样品溶液所用的容器,并将每次洗液

倒入吸收柱中。

向柱中加入 25 mL 氯仿并将流出的液体汇入一只 200 mL 圆底烧瓶中,再每次用 25 mL 氯仿,重复三次上述操作,并加 5 mL 硫酸至所收集的液体中,用旋转蒸发器于 45℃ 浓缩该液体,并用氮气流除去残留在烧瓶中的氯仿,向蒸余物中加 0.1 mL 磷酸二氢钠溶液与少量水,准确配至 5 mL,以此溶液作为试验溶液。

#### 4.12.4 标准溶液的配制

称取 1.0 g 苯胺,精确至 0.001 g,溶于甲醇中并准确配至 100 mL,吸取 10 mL,该溶液加甲醇准确配至 100 mL,以此液为溶液 A。分别吸取 10.0 mL、5.0 mL、2.0 mL、1.0 mL 溶液 A,各加水准确至 100 mL,以此作为初始标准溶液。

吸取每一初始标准溶液,分别加 10 mL 水与 2 滴氢氧化钠溶液后分别将上述溶液加入吸收柱中使其流下,并按制备试验溶液流程的规定操作而制得各标准溶液。

#### 4.12.5 测试条件

按 4.9.5 规定的测试条件。

#### 4.12.6 测试方法

分别准确吸取 20  $\mu$ L 试验溶液及各标准溶液直接进行液相色谱检测,然后测定各标准溶液中苯胺的峰高或峰面积,制成标准曲线,测定试验溶液中苯胺峰及苯胺峰出现后保留时间 30 min 内出现的峰的峰高或面积,根据上述标准曲线求出该苯胺总含量。

### 4.13 砷含量的测定

#### 4.13.1 试剂和材料

- a) 硝酸;
- b) 硫酸溶液:1+1;
- c) 硝酸-高氯酸混合溶液:3+1;
- d) 砷标准溶液:0.001 mgAs/mL。取含 0.1 mgAs/mL 的标准溶液 1 mL 于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

#### 4.13.2 仪器、设备

按 GB/T 8450 中砷斑法的装置。

#### 4.13.3 分析步骤

称取试样 1.0 g,精确至 0.01 g。置于圆底烧瓶中,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-高氯酸混合液约 5 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。以下按 GB/T 8450—1987 中 2.4 的规定进行。

### 4.14 重金属含量的测定

#### 4.14.1 试剂和材料

- a) 硫酸;
- b) 盐酸;
- c) 盐酸溶液:1+3;
- d) 乙酸溶液:1+3;
- e) 氨水溶液:1+2;
- f) 硫化钠溶液:100 g/L;
- g) 铅标准溶液:按 0.01 mgPb/mL 取含 0.1 mgPb/mL 的铅标准溶液 10 mL 于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

#### 4.14.2 试样液的配制

称取试样 2.5 g, 精确至 0.01 g。置于用白金(或石英制、瓷制)的坩埚中, 加少量硫酸润湿, 缓慢灼烧, 尽量在低温下使之几乎全部灰化, 再加硫酸 1 mL, 逐渐加热至硫酸蒸气差不多不再发生。放入电炉中, 在 450℃~550℃灼烧至灰化, 然后放冷。加盐酸 3 mL 摇匀, 再加水 7 mL 摇匀, 用定量分析滤纸(5号 C)过滤。用盐酸溶液 5 mL 及水 5 mL 洗涤滤纸上的残留物, 将洗液和滤液合并, 加水配至 50 mL, 作为试样液。

用同样方法不加试样配制为空白试验液。

#### 4.14.3 试验液的配制

量取试样液 20 mL, 放入纳氏比色管中, 加酚酞试液 1 滴, 滴加氨水溶液至溶液显红色, 再加乙酸溶液 2 mL, 必要时过滤, 用水洗滤纸, 加水配至 50 mL, 作为试验液。

#### 4.14.4 比较液的配制

量取空白试验液 20 mL, 放入纳氏比色管中, 加入铅标准液 2.0 mL 及酚酞指示液 1 滴, 制备方法与试验液相同, 作为比较液。

#### 4.14.5 测试方法

在试验液和比较液中分别加入硫化钠溶液 2 滴, 摇匀, 放置 5 min 后, 试验液的颜色不得深于比较液。

### 4.15 铅含量的测定

#### 4.15.1 试剂和材料

同 4.14.1。

#### 4.15.2 试验液的配制

量取 4.14.2 制备的试样液 10 mL, 作为试验液。

#### 4.15.3 比较液的配制

量取 1.0 mL 铅标准溶液加稀盐酸溶液配至 20 mL, 作为比较液。

#### 4.15.4 测试方法

在试验液和比较液中分别加入硫化钠溶液 2 滴, 摇匀, 放置 5 min 后, 试验液的颜色不得深于比较液。

## 5 检验规则

5.1 食品添加剂诱惑红, 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诱惑红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诱惑红的质量进行检验, 检验其质量指标是否符合本标准的要求。

5.3 食品添加剂诱惑红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 10×0.5 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、保质期、产品质量符合本标准的证明及标准编号。
- 6.3 食品添加剂诱惑红装于聚乙烯塑料瓶中,每瓶 0.5 kg,每 10 瓶外套箱固封。
- 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 本品在贮运中不得与有毒、有害的其他物质混装、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要求,合格后仍可使用。

## 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

- a) 盐酸;
- b) 硫酸亚铁铵;
- c) 硫氰酸铵溶液:200 g/L;
- d) 硫酸溶液:1+1;
- e) 重铬酸钾标准溶液: $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

## A2 仪器、设备

见图 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  $c(\text{mol/L})$ 按下式计算:

$$c = \frac{V_1 \cdot c_1}{V_2 - V_3}$$

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氧化成高铁所耗用的三氯化钛溶液的体积, mL;

$V_3$ ——滴定空白耗用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。