



中华人民共和国国家标准

GB 1886.357—2022

食品安全国家标准

食品添加剂 靛蓝铝色淀

2022-06-30 发布

2022-12-30 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国家市场监督管理总局 发布

前 言

本标准代替 GB 28318—2012《食品安全国家标准 食品添加剂 靛蓝铝色淀》。

本标准与 GB 28318—2012 相比,主要变化如下:

- 修改了标准范围、分子式、相对分子质量;
- 修改了靛蓝含量、铅(Pb)的指标要求和检验方法;
- “盐酸和氨水不溶物”指标名称修改为“盐酸不溶物”;
- “总砷(以 As 计)”指标名称修改为“砷(As)”;
- 修改了盐酸不溶物、砷(As)的检验方法;
- 删除了干燥减量、副染料、钡(Ba)。

食品安全国家标准

食品添加剂 靛蓝铝色淀

1 范围

本标准适用于以食品添加剂靛蓝和铝盐为原料经色淀化制成的食品添加剂靛蓝铝色淀。

2 分子式、相对分子质量

2.1 分子式

$C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2$ (靛蓝)

2.2 相对分子质量

466.35(以靛蓝计)(按 2018 年国际相对原子质量)

3 技术要求

3.1 感官要求

感官要求应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项目	要求	检验方法
色泽	蓝色	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下观察其色泽和性状
状态	粉末	

3.2 理化指标

理化指标应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项目	指标	检验方法
靛蓝含量, $w/\%$	符合声称	附录 A 中 A.3
盐酸不溶物, $w/\%$	≤ 0.5	附录 A 中 A.4
砷(As)/(mg/kg)	≤ 3.0	GB 5009.11 或 GB 5009.76
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 5.0	GB 5009.12 或 GB 5009.75

附录 A 检验方法

A.1 一般规定

本标准所用试剂和水在未注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品在未注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

A.2 鉴别试验

A.2.1 试剂和溶液

A.2.1.1 硫酸溶液:1+20。

A.2.1.2 盐酸溶液:1+4。

A.2.1.3 氢氧化钠溶液:100 g/L。

A.2.1.4 乙酸铵溶液:3.4 g/L。

A.2.2 仪器和设备

A.2.2.1 分光光度计。

A.2.2.2 比色皿:10 mm。

A.2.3 分析步骤

A.2.3.1 颜色反应

称取约 0.1 g 试样,加 5 mL 硫酸溶液,在水浴中不断摇动,加热约 5 min,溶液呈蓝紫色,冷却后,取 2 滴~3 滴上层澄清液,加 5 mL 水,仍呈蓝紫色。

A.2.3.2 铝盐反应

称取约 0.1 g 试样,加 5 mL 氢氧化钠溶液,在水浴中加热 5 min,不时摇动,溶液呈黄棕色,冷却后,用盐酸溶液中和至中性,出现蓝紫色胶状沉淀。

A.2.3.3 最大吸收波长

称取约 0.1 g 试样,加硫酸溶液 5 mL,在水浴中加热溶解,充分搅匀后,加乙酸铵溶液配至 100 mL。溶液不澄清时进行离心分离。然后取此溶液 1 mL~5 mL,加乙酸铵溶液配至 100 mL。使测定的吸光度值在 0.3~0.7 范围内,此溶液的最大吸收波长为 $610\text{ nm} \pm 2\text{ nm}$ 。

A.3 靛蓝含量的测定

A.3.1 三氯化钛滴定法(仲裁法)

A.3.1.1 方法提要

在酸性介质中,靛蓝铝色淀溶解成色素,其染料结构中的氨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,计算其含量。

A.3.1.2 试剂和材料

A.3.1.2.1 酒石酸氢钠。

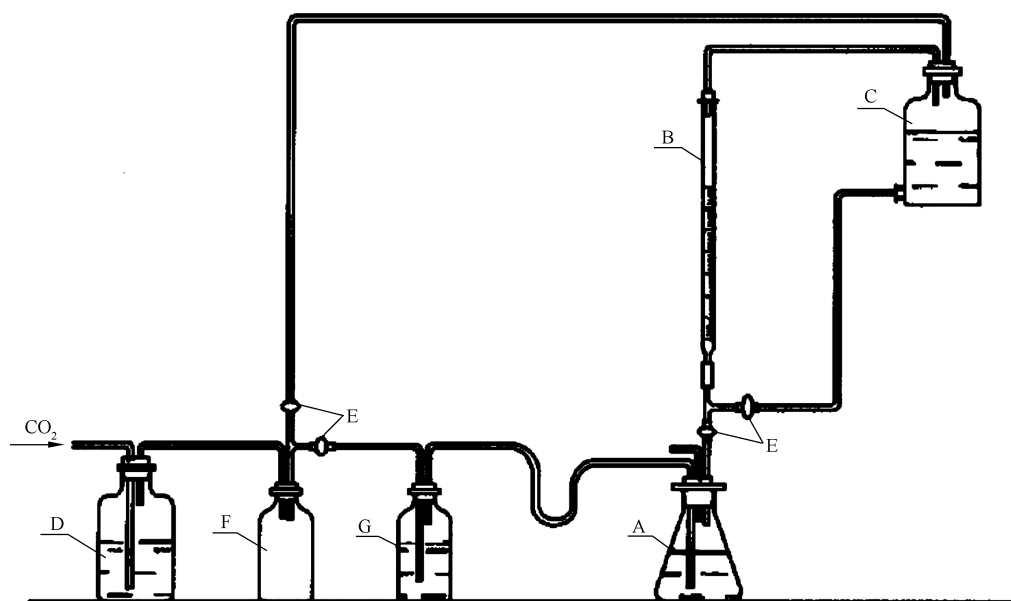
A.3.1.2.2 硫酸溶液:1+20。

A.3.1.2.3 三氯化钛标准滴定溶液; $c(\text{TiCl}_3)=0.1\text{ mol/L}$ (现配现用,配制方法见附录 B)。

A.3.1.2.4 二氧化碳。

A.3.1.3 仪器和设备

见图 A.1。



说明:

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——盛碳酸铵和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 A.1 三氯化钛滴定法的装置图

A.3.1.4 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.000 1 g,加入硫酸溶液 20 mL 及新煮沸并冷却至室温的水 50 mL,不断摇动下水浴加热至溶解后,移入 500 mL 锥形瓶中,加入 15 g 酒石酸氢钠和 150 mL 新煮沸并冷却至室温的水,按图 A.1 装好仪器,在液面下通入二氧化碳的同时,加热至沸,并用三氯化钛标准滴定溶液滴定到其固有颜色消失为终点。

A.3.1.5 结果计算

靛蓝含量的质量分数 w_1 按式(A.1)计算。

$$w_1 = \frac{(V/1\ 000) \times c \times (M/2)}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

- V —— 滴定试样消耗三氯化钛标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)；
- 1 000 —— 体积换算系数；
- c —— 三氯化钛标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L)；
- M —— 靛蓝的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2) = 466.35$]；
- 2 —— 摩尔换算系数；
- m —— 试样的质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准(保留一位小数)。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 1.0%。

A.3.2 分光光度比色法

A.3.2.1 方法提要

将试样溶解后,在最大吸收波长(约 610 nm)处测其吸光度值,计算其含量。

A.3.2.2 试剂和材料

A.3.2.2.1 酒石酸氢钠。

A.3.2.2.2 乙酸铵溶液:3.4 g/L。

A.3.2.3 仪器和设备

A.3.2.3.1 磁力搅拌加热器。

A.3.2.3.2 分光光度计。

A.3.2.3.3 比色皿:1 cm。

A.3.2.4 分析步骤

A.3.2.4.1 试样溶液的制备

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.000 1 g,加入 20 mL 水和 2 g 酒石酸氢钠,加热至样品完全溶解,再移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。吸取 10 mL 移入 100 mL 容量瓶中,再用乙酸铵溶液稀释至刻度,摇匀。

A.3.2.4.2 测定

将试样溶液置于 1 cm 比色皿中,在最大吸收波长(约 610 nm)处用分光光度计测定吸光度值,吸光度值应控制在 0.3~0.7 范围内,否则应调整试样溶液的浓度,再重新测定吸光度。以乙酸铵溶液作为空白。

A.3.2.5 结果计算

靛蓝含量的质量分数 w_2 按式(A.2)计算。

$$w_2 = \frac{A}{47.8 \times b \times c} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

- A —— 试样溶液的吸光度值；

47.8——靛蓝的吸光系数,单位为升每克厘米(L/g·cm);

b ——比色皿内径 1 cm;

c ——试样溶液的浓度,单位为克每升(g/L)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准(保留一位小数)。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 5.0%。

A.4 盐酸不溶物的测定

A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 盐酸。

A.4.1.2 盐酸溶液:5+995。

A.4.2 仪器和设备

A.4.2.1 玻璃砂芯坩埚(G_4):孔径为 5 μm ~15 μm 。

A.4.2.2 恒温烘箱。

A.4.3 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.001 g,置于 500 mL 烧杯中,加 250 mL 水和 60 mL 盐酸,盖上表面皿后加热煮沸,直至色淀完全溶解。冷却后,用已在 135 $^{\circ}\text{C}$ \pm 2 $^{\circ}\text{C}$ 下烘至恒量的玻璃砂芯坩埚(G_4)过滤,并用加热至 50 $^{\circ}\text{C}$ ~70 $^{\circ}\text{C}$ 的盐酸溶液洗涤烧杯和玻璃砂芯坩埚(G_4),直至洗液无色,然后在 135 $^{\circ}\text{C}$ \pm 2 $^{\circ}\text{C}$ 恒温烘箱中烘至恒量。

A.4.4 结果计算

盐酸不溶物的质量分数 w_3 按式(A.3)计算。

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

m_1 ——干燥后不溶物和玻璃砂芯坩埚的质量,单位为克(g);

m_2 ——玻璃砂芯坩埚的质量,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准(保留两位小数)。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 0.20%。

附录 B

三氯化钛标准滴定溶液的配制方法

B.1 试剂和溶液

B.1.1 盐酸。

B.1.2 硫酸亚铁铵。

B.1.3 硫氰酸铵溶液:200 g/L。

B.1.4 硫酸溶液:1+1。

B.1.5 三氯化钛溶液。

B.1.6 重铬酸钾标准滴定溶液:[$c(1/6 \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.1 \text{ mol/L}$]。

B.2 仪器和设备

见图 A.1。

B.3 三氯化钛标准滴定溶液的配制

B.3.1 配制

取 100 mL 三氯化钛溶液和 75 mL 盐酸,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。

B.3.2 标定

称取约 3 g 硫酸亚铁铵,精确至 0.000 1 g,置于 500 mL 锥形瓶中,在二氧化碳气流保护作用下,加入 50 mL 新煮沸并已冷却的水,使其溶解,再加入 25 mL 硫酸溶液,继续在液面下通入二氧化碳气流作保护,迅速准确加入 35 mL 重铬酸钾标准滴定溶液,然后用需标定的三氯化钛标准溶液滴定至接近计算量终点,立即加入 25 mL 硫氰酸铵溶液,并继续用需标定的三氯化钛标准溶液滴定至红色变为绿色,即为终点。整个滴定过程应在二氧化碳气流保护下操作,同时做空白试验。

B.3.3 结果计算

三氯化钛标准溶液的浓度以 $c(\text{TiCl}_3)$ 计,单位为摩尔每升(mol/L),按式(B.1)计算。

$$c(\text{TiCl}_3) = \frac{V \times c}{V_1 - V_2} \dots\dots\dots(\text{B.1})$$

式中:

V ——重铬酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——重铬酸钾标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定被重铬酸钾标准滴定溶液氧化成高钛消耗的三氯化钛标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定空白消耗三氯化钛标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示至小数点后四位。

以上标定需在分析样品时即时标定。
