



# 中华人民共和国国家标准

GB 7655.1—2005  
代替 GB 7655.1—1996

## 食品添加剂 亮蓝

Food additive—Brilliant blue

2005-06-30 发布

2005-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本标准的全部技术内容为强制性。

本标准修改采用日本《食品添加物公定书》第七版(1999)“食用蓝色1号”。

本标准根据日本《食品添加物公定书》第七版(1999)“食用蓝色1号”重新起草。

考虑到我国国情,在采用日本《食品添加物公定书》第七版(1999)“食用蓝色1号”时,本标准作了一些修改。本标准与日本《食品添加物公定书》第七版(1999)“食用蓝色1号”的主要差异如下:

- 增加了副染料含量项目的定量指标(本标准的3.2)。这是因为对产品中副染料含量进行控制,有利于产品质量的提高;
- 砷含量指标(质量分数)由 $\leq 0.0004$ (以 $As_2O_3$ 计)修改为 $\leq 0.0001$ (以As计)(本标准的3.2)。这是为了与我国对食品添加剂中砷含量计算方法相一致;
- 提高了重金属(以Pb计)含量指标(本标准的3.2)。这是根据我国对食品添加剂中有害杂质的监控要求制定的;
- 含量的测定的方法除三氯化钛滴定法外,增加了相对简便的分光光度法(本标准的4.3.2)。三氯化钛滴定法作为仲裁方法;
- 氯化物(以NaCl计)及硫酸盐(以 $Na_2SO_4$ 计)的测定方法采用化学滴定法(本标准的4.6.1),这是根据我国生产企业和用户的实际情况决定的。

本标准代替GB 7655.1—1996《食品添加剂 亮蓝》。

本标准与GB 7655.1—1996相比,主要变化如下:

- 取消GB 7655.1—1996中含量(质量分数) $\geq 60\%$ 的指标(1996年版的3.2);
- 修改了鉴别试验的方法,采用日本《食品添加物公定书》第七版(1999)“食用蓝色1号”的方法(1996年版的4.1,本版的4.1);
- 取消异丙醚萃取物项目(1996年版的3.2);
- 修改了重金属(以Pb计)的测定方法,采用日本食品添加物公定书第七版(1999)“食用蓝色1号”的方法(1996年版的4.10,本版的4.9)。

本标准的附录A和附录B为规范性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会SAC/TC 134和中国疾病预防控制中心营养与食品安全所归口。

本标准起草单位:上海染料研究所有限公司、上海市卫生局卫生监督所。

本标准主要起草人:丁秋龙、王丽斌、张磊、叶英青、施怀炯。

本标准于1987年首次发布,1996年第一次修订。

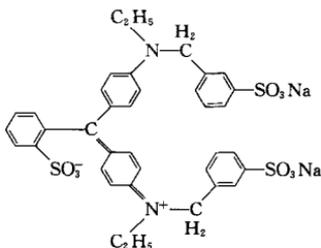
## 食品添加剂 亮蓝

### 1 范围

本标准规定了食品添加剂亮蓝的要求,试验方法,检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于由苯甲醛邻磺酸与 N-乙基-N-(3-磺基苄基)-苯胺经缩合、氧化而得的染料。本品可在食品、药品、化妆品等行业中作着色剂用。

结构式:



分子式:  $C_{27}H_{24}N_2Na_2O_3S_3$

相对分子质量: 792.85(按 2001 年国际相对原子质量)

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 5009.76 食品添加剂中砷的测定

GB/T 6682 实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992,neq ISO 3696:1987)

### 3 要求

#### 3.1 外观

红紫色粉末。

#### 3.2 技术要求

食品添加剂亮蓝应符合表 1 规定。

表 1 食品添加剂亮蓝的技术要求

项 目	指 标
亮蓝的质量分数/%	≥ 85.0
干燥减量的质量分数/%	≤ 10.0

表 1(续)

项 目	指 标
水不溶物的质量分数/%	≤ 0.2
氯化物(以 NaCl 计)及硫酸盐(以 Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 计)的质量分数/%	≤ 4.0
副染料的质量分数/%	≤ 6.0
砷(以 As 计)的质量分数/%	≤ 0.000 1
重金属(以 Pb 计)的质量分数/%	≤ 0.001
锰 <sup>a</sup> (Mn)的质量分数/%	≤ 0.005
铬 <sup>b</sup> (Cr)的质量分数/%	≤ 0.005
<sup>a</sup> 为锰法工艺控制项目; <sup>b</sup> 为铬法工艺控制项目。	

#### 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 的规定配制。

##### 4.1 外观

在自然光线条件下用目视测定,结果应符合本标准 3.1 的规定。

##### 4.2 鉴别

###### 4.2.1 试剂

4.2.1.1 硫酸;

4.2.1.2 盐酸;

4.2.1.3 氢氧化钠溶液:200 g/L;

4.2.1.4 乙酸铵溶液:1.5 g/L。

###### 4.2.2 仪器

4.2.2.1 分光光度计;

4.2.2.2 比色皿:10 mm。

###### 4.2.3 分析步骤

4.2.3.1 称取 0.1 g 实验室样品,精确至 10 mg。溶于 200 mL 水中,呈蓝色澄清溶液。

4.2.3.2 称取 0.2 g 实验室样品,精确至 10 mg。溶于 20 mL 硫酸中,呈灰棕色,取此液 2~3 滴,加入 5 mL 水中,振荡,呈绿色。

4.2.3.3 称取 0.1 g 实验室样品,精确至 10 mg。溶于 100 mL 水中,量取该试验溶液 10 mL,加氢氧化钠溶液 10 mL,在 80℃ 水浴中加热片刻转呈紫红色。

4.2.3.4 取 4.2.3.3 中试验溶液 5 mL,加盐酸 1 mL,转呈较暗的带黄光的绿色溶液。

4.2.3.5 称取 0.1 g 实验室样品,精确至 10 mg。溶于 100 mL 乙酸铵溶液中,取此溶液 1 mL,加乙酸铵溶液配至 200 mL,该溶液的最大吸收波长为 630 nm±2 nm。

##### 4.3 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

酸性介质中,三芳甲烷类染料被三氯化钛还原成隐色体,按三氯化钛标准滴定溶液的消耗量,计算其含量的质量分数。

## 4.3.1.2 试剂和材料

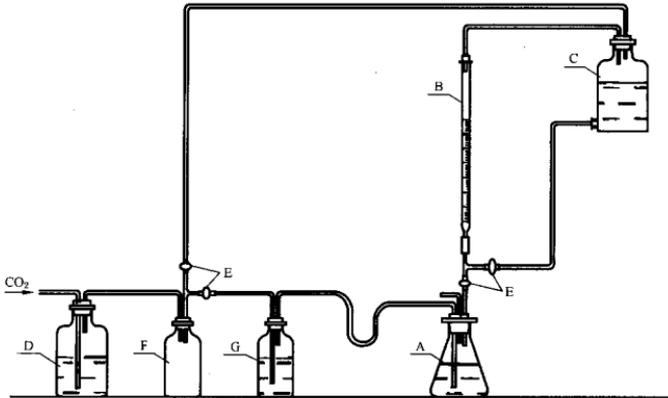
## 4.3.1.2.1 酒石酸氢钠；

4.3.1.2.2 三氯化钛标准滴定溶液： $c(\text{TiCl}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ (现配现用，配制方法见规范性附录 A)；

## 4.3.1.2.3 钢瓶装二氧化碳。

## 4.3.1.3 仪器

见图 1。



- 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 1 三氯化钛滴定法的装置图

## 4.3.1.4 分析步骤

称取 7 g 实验室样品，精确至 0.2 mg。溶于 100 mL 新煮沸并冷却至室温的水中，移至 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，吸取 50 mL 置于 500 mL 锥形瓶中，加入酒石酸氢钠 15 g 和水 150 mL，振荡溶解后，按图 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。

## 4.3.1.5 结果计算

亮蓝的质量分数( $w_1$ )，数值以%表示，按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{(V/1\,000) \times c \times (M/2)}{m \times 50/250} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V——滴定试料耗用的三氯化钛标准滴定溶液(4.3.1.2.2)的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c——三氯化钛标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

m——试料质量的数值，单位为克(g)；

M——亮蓝的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)( $M=792.85$ )。

计算结果表示到小数点后 1 位。

4.3.1.6 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于1.0%。

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亮蓝标准样品分别用水溶解后,在最大吸收波长处,分别测其吸光度,然后计算其含量的质量分数。

4.3.2.2 试剂

4.3.2.2.1 乙酸铵溶液:1.5 g/L;

4.3.2.2.2 亮蓝标准样品:质量分数≥85.0%(三氯化钛滴定法)。

4.3.2.3 仪器

4.3.2.3.1 分光光度计;

4.3.2.3.2 比色皿:10 mm。

4.3.2.4 亮蓝标准样品溶液的配制

称取0.25 g亮蓝标准样品,精确到0.2 mg。溶于适量水中,移入1 000 mL容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。吸取5 mL,移入500 mL容量瓶中,加乙酸铵溶液稀释至刻度,摇匀。

4.3.2.5 亮蓝试验溶液的配制

称取0.25 g亮蓝实验室样品,精确到0.2 mg。以下同4.3.2.4。

4.3.2.6 分析步骤

将亮蓝标准样品溶液(4.3.2.4)和亮蓝试验溶液(4.3.2.5)分别置于10 mm比色皿中,同在630 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 结果计算

亮蓝的质量分数( $w_2$ ),数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{A}{A_1} \times w_1 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A——亮蓝试验溶液(4.3.2.5)的吸光度;

$A_1$ ——亮蓝标准样品溶液(4.3.2.4)的吸光度;

$w_1$ ——亮蓝标准样品(4.3.2.2)含量的质量分数(三氯化钛滴定法),数值以%表示。

计算结果表示到小数点后1位。

4.3.2.8 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于1.0%。

4.4 干燥减量的测定

4.4.1 分析步骤

称取2 g实验室样品,精确至10 mg。置于已质量恒定的 $\varphi(30\sim40)$ mm称量瓶中,在135℃±2℃恒温烘箱中烘至质量恒定。

4.4.2 结果计算

干燥减量的质量分数( $w_3$ ),数值以%表示,按式(3)计算:

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

式中:

m——试料干燥前的质量的数值,单位为克(g);

$m_1$ ——干燥至质量恒定的试料的质量数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后1位。

## 4.4.3 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

## 4.5 水不溶物含量的测定

## 4.5.1 仪器

4.5.1.1 玻璃砂芯坩埚:孔径为 $5\ \mu\text{m}\sim 15\ \mu\text{m}$ 。

4.5.1.2 恒温烘箱。

## 4.5.2 分析步骤

称取3 g实验室样品,精确至1 mg。置于500 mL烧杯中,加入 $50^{\circ}\text{C}\sim 60^{\circ}\text{C}$ 水250 mL,使之溶解,用已在 $135^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 烘至质量恒定的玻璃砂芯坩埚(4.5.1.1)过滤,并用热水充分洗涤到洗涤液无色,在 $135^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 恒温烘箱中烘至质量恒定。

## 4.5.3 结果计算

水不溶物的质量分数( $w_4$ ),数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g);

$m_1$ ——干燥后水不溶物的质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后2位。

## 4.5.4 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.05%。

4.6 氯化物(以NaCl计)及硫酸盐(以 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 计)含量的测定

## 4.6.1 氯化物(以NaCl计)含量的测定

## 4.6.1.1 试剂和材料

4.6.1.1.1 硝基苯;

4.6.1.1.2 硝酸溶液:1+1;

4.6.1.1.3 硝酸银溶液: $c(\text{AgNO}_3)=0.1\ \text{mol/L}$ ;

4.6.1.1.4 硫酸铁铵溶液。配制方法:称取14 g硫酸铁铵,溶于100 mL水中,过滤,加硝酸10 mL,贮存于棕色瓶中;

4.6.1.1.5 硫氰酸铵标准滴定溶液: $c(\text{NH}_4\text{SCN})=0.1\ \text{mol/L}$ ;

4.6.1.1.6 活性炭。

## 4.6.1.2 试验溶液的配制

称取2 g实验室样品,精确至1 mg。溶于150 mL水中,加活性炭10 g,温和煮沸2 min~3 min。冷却至室温,加入硝酸溶液1 mL,不断摇动均匀,放置30 min(其间不断摇动)。用干燥滤纸过滤。如滤液有色,则再加活性炭2 g,不断摇动下放置1 h,再用干燥滤纸过滤(如仍有色则更换活性炭重复操作至滤液无色)。每次以水10 mL洗活性炭三次,滤液合并并移至200 mL容量瓶中,加水至刻度,摇匀。用于氯化物和硫酸盐含量的测定。

## 4.6.1.3 分析步骤

移取50 mL试验溶液(4.6.1.2),置于500 mL锥形瓶中,加硝酸溶液2 mL和硝酸银溶液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,用硫氰酸铵标准滴定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。

## 4.6.1.4 结果计算

氯化物以氯化钠(NaCl)的质量分数( $w_5$ )计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{[(V_1 - V)/1000] \times c \times M}{m \times 50/200} \times 100 = \frac{(V_1 - V) \times c \times 23.36}{m} \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

$V$ ——滴定试剂耗用硫氰酸铵标准滴定溶液(4.6.1.1.5)体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——滴定空白溶液耗用硫氰酸铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$c$ ——硫氰酸铵标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$m$ ——试剂质量的数值,单位为克(g);

$M$ ——氯化钠的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M=58.4$ )。

计算结果表示到小数点后1位。

#### 4.6.1.5 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.3%。

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

##### 4.6.2.1 试剂

4.6.2.1.1 氢氧化钠溶液:2 g/L。

4.6.2.1.2 盐酸溶液:1+1999。

4.6.2.1.3 氯化钡标准滴定溶液: $c(1/2\text{BaCl}_2)=0.1$  mol/L(配制方法见规范性附录 B)。

4.6.2.1.4 酚酞指示液:10 g/L。

4.6.2.1.5 玫瑰红酸钠指示液:称取0.1 g 玫瑰红酸钠,溶于10 mL 水中(现配现用)。

##### 4.6.2.2 分析步骤

吸取25 mL(4.6.1.2)试验溶液,置于250 mL 锥形瓶中,加1滴酚酞指示液,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,摇匀,溶解后不断摇动下用氯化钡标准滴定溶液滴定,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 不褪为终点。

同时以相同方法做空白试验。

##### 4.6.2.3 结果计算

硫酸盐以硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ )的质量分数( $w_6$ )计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_6 = \frac{(V_1 - V_2)/1\,000 \times c \times (M/2)}{m \times 25/200} \times 100 = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 56.8}{m} \dots\dots\dots(6)$$

式中:

$V_1$ ——滴定试验溶液耗用氯化钡标准滴定溶液(4.6.2.1.3)体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——滴定空白溶液耗用氯化钡标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

$c$ ——氯化钡标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$M$ ——硫酸钠的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M=142$ );

$m$ ——试剂的质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后1位。

#### 4.6.2.4 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

#### 4.6.3 氯化物(以 NaCl 计)及硫酸盐(以 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 计)的含量总和的结果计算

氯化物(以 NaCl 计)及硫酸盐(以  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  计)含量的质量分数总和( $w_7$ )计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_7 = w_5 + w_6 \dots\dots\dots(7)$$

式中:

$w_5$ ——氯化物(以 NaCl 计)的质量分数,数值以%表示;

$w_6$ ——硫酸盐(以  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  计)的质量分数,数值以%表示;

计算结果表示到小数点后1位。

## 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

4.7.2.1 无水乙醇;

4.7.2.2 正丁醇;

4.7.2.3 丙酮溶液:1+1;

4.7.2.4 氨水溶液:4+96;

4.7.2.5 碳酸氢钠溶液:4 g/L。

### 4.7.3 仪器

4.7.3.1 分光光度计;

4.7.3.2 层析滤纸:1号中速,150 mm×250 mm;

4.7.3.3 层析缸:φ240 mm×300 mm;

4.7.3.4 微量进样器:100 μL;

4.7.3.5 纳氏比色管:50 mL,有玻璃磨口塞;

4.7.3.6 玻璃砂芯漏斗:孔径为15 μm~40 μm;

4.7.3.7 50 mm 比色皿;

4.7.3.8 10 mm 比色皿。

### 4.7.4 分析步骤

#### 4.7.4.1 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℃。

#### 4.7.4.2 试料洗出液的配制

称取1 g实验室样品,精确至1 mg。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,均匀地注在离滤纸底边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。将滤纸放入装有预先配制好展开剂的层析缸中展开,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。取出层析滤纸,用冷风吹干。

用空白滤纸在相同条件下展开,该空白滤纸必须与上述步骤展开用的滤纸在同一张滤纸上相邻部位裁取。

副染料纸上层析示意图见图2。

将展开后取得的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,准确加入丙酮溶液5 mL,摇动3 min~5 min后,再准确加入碳酸氢钠溶液20 mL,充分摇动,然后分别在玻璃砂芯漏斗中自然过滤,滤液必须澄清,无悬浮物。加水至刻度。分别得到各副染料和空白的洗出液。在各自副染料的最大吸收波长处,用50 mm比色皿,将各副染料的试料洗出液在分光光度计上测定各自的吸光度。

在分光光度计上测定吸光度时,以丙酮溶液5 mL和碳酸氢钠溶液20 mL的混合液作参比液。

#### 4.7.4.3 标准洗出液的配制

吸取上述1%的试料洗出液(4.7.4.2)2 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,均匀地点注在离滤纸底边25 mm的一条基线上,用吹风机吹干。将滤纸放入装有预先配制好展开剂的层析缸中展开,待展开剂前沿线上升40 mm,取出用冷风吹干,剪下所有展开的染料部分,按4.7.4.2方法进行萃取操作,得到标准洗出液。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。

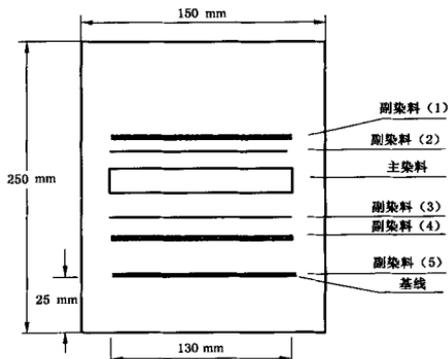


图2 副染料纸上层析示意图

## 4.7.4.4 结果计算

副染料的质量分数( $w_2$ ),按式(8)计算:

$$w_2 = \frac{[(A_1 - b_1) + \dots + (A_n - b_n)]/5}{(A_s - b_s) \times (100/2)} \times w_1 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

$A_1, \dots, A_n$ ——各副染料洗出液以 50 mm 光径长度计算的吸光度;

$b_1, \dots, b_n$ ——各副染料对照空白洗出液以 50 mm 光径长度计算的吸光度;

$A_s$ ——标准洗出液以 10 mm 光径长度计算的吸光度;

$b_s$ ——标准对照空白洗出液以 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;

100/2——标准洗出液折算成 1% 试料溶液的比数;

$w_1$ ——亮蓝样品总含量的质量分数,数值以 % 表示。

计算结果表示到小数点后 1 位。

## 4.7.4.5 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果,两次平行测定结果的绝对值不大于 0.2%。

## 4.8 砷(以 As 计)含量的测定

## 4.8.1 试剂

4.8.1.1 硝酸;

4.8.1.2 硫酸溶液:1+1;

4.8.1.3 硝酸-高氯酸混合溶液:3+1;

4.8.1.4 砷(As)标准溶液(0.001 mg/mL):取 0.1 mg/mL 的砷(As)标准溶液 1 mL 于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。每 1 mL 相当 0.001 mg 砷。

## 4.8.2 仪器

按 GB/T 5009.76 中第 10 章中图 2 的装置。

## 4.8.3 分析步骤

称取 1 g 实验室样品,精确至 10 mg。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,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,强火加热至溶液至透明无色或微黄色,如仍不透明,放冷后再补加硝酸-高氯酸混合溶液 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 5009.76 中第 11 章所示的规定进行测定。

#### 4.9 重金属(以 Pb 计)含量的测定

##### 4.9.1 试剂

4.9.1.1 硫酸;

4.9.1.2 盐酸;

4.9.1.3 盐酸溶液:1+3;

4.9.1.4 乙酸溶液:1+3;

4.9.1.5 氨水溶液:1+2;

4.9.1.6 硫化钠溶液:100 g/L;

4.9.1.7 铅(Pb)标准溶液(0.01 mg/mL):取 0.1 mg/mL 的铅(Pb)标准溶液 1 mL 于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

##### 4.9.2 仪器

4.9.2.1 白金制(石英制或瓷制)坩埚;

4.9.2.2 定性滤纸;

4.9.2.3 纳氏比色管。

##### 4.9.3 试料溶液及空白试验溶液的配制

称取 2.5 g 实验室样品,精确至 10 mg。置于用白金制(石英制或瓷制)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,用定性滤纸过滤。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,作为试料溶液。

用同样方法不加试料配制为空白试验溶液。

##### 4.9.4 试验溶液的配制

量取 20 mL 试料溶液(4.9.3),放入纳氏比色管中,加入 1 滴酚酞,滴加氨水溶液(同时振荡)至溶液呈红色,再加乙酸溶液 2 mL(如有浑浊则过滤,并用水洗滤纸),加水至刻度,作为试验溶液。

##### 4.9.5 标准比浊溶液的配制

量取 20 mL 空白试验溶液,放入纳氏比色管中,移入铅标准溶液 1.0 mL,加入 1 滴酚酞,以下配制方法同试验溶液(4.9.4),作为标准比浊溶液。

##### 4.9.6 分析步骤

在试验溶液(4.9.4)和标准比浊溶液(4.9.5)中分别加入硫化钠溶液 2 滴,摇匀,在暗处放置 5 min 后进行观察,用空白试验溶液进行比较,试验溶液的颜色不得深于标准比浊溶液。

#### 4.10 锰(Mn)含量的测定

##### 4.10.1 方法提要

亮蓝样品经硝酸-高氯酸混合溶液消解后,制备成试料溶液,用原子吸收光谱仪测定锰的含量。

##### 4.10.2 试剂和材料

4.10.2.1 盐酸;

4.10.2.2 硝酸;

4.10.2.3 硝酸-高氯酸混合溶液:3+1;

4.10.2.4 锰(Mn)标准溶液:按 GB/T 602 配制和标定后,再稀释配制成 1 mL 含锰 0.5 μg、1.0 μg、2.0 μg 的三个标准溶液;

4.10.2.5 高纯乙炔气。

#### 4.10.3 仪器

原子吸收光谱仪。

#### 4.10.4 测定条件

光源：锰空心阴极灯。

波长：279.5 nm。

火焰法：乙炔-空气。

#### 4.10.5 试验溶液及空白参比溶液的制备

称取1 g实验室样品，精确至10 mg，置于150 mL锥形瓶中，加10 mL盐酸和10 mL硝酸，将锥形瓶放在加热器上缓慢加热至黄烟基本消失，稍冷后加入10 mL硝酸-高氯酸混合溶液，在加热器上大火加热至完全消解，得到无色或微黄色透明溶液，如仍不透明，放冷后再补加硝酸-高氯酸混合溶液1 mL，继续加热至溶液澄清无色或微黄色直至得到无色或微黄色透明溶液。稍冷后加入10 mL水加热至沸并冒白烟保持数分钟以驱除残余硝酸-高氯酸混合溶液。冷却到室温，把溶液转移至50 mL容量瓶中用水稀释至刻度（若溶液出现浑浊、沉淀或机械杂质须过滤）。

同时按相同的方法制备一空白溶液，作为空白参比液。

#### 4.10.6 分析步骤

在(4.10.4)条件下用原子吸收光谱仪测定空白参比液、锰(Mn)标准溶液吸光度。以锰(Mn)标准溶液浓度为横坐标，所测得的吸光度与空白参比液的吸光度差值为纵坐标，绘制标准曲线。然后在(4.10.4)条件下测定试验溶液(4.10.5)吸光度。以该值与空白参比液的吸光度差值对照标准曲线查得试验溶液锰(Mn)浓度值，应小于1.0 μg/mL。

#### 4.11 铬(Cr)含量的测定

##### 4.11.1 方法提要

亮蓝样品经硝酸-高氯酸混合溶液消解后，制备成试料溶液，用原子吸收光谱仪测定铬的含量。

##### 4.11.2 试剂和材料

###### 4.11.2.1 盐酸；

###### 4.11.2.2 硝酸；

###### 4.11.2.3 硝酸-高氯酸混合溶液：3+1；

###### 4.11.2.4 铬(Cr)标准溶液：按GB/T 602配制和标定后，再稀释配制成1 mL含铬0.5 μg、1.0 μg、2.0 μg的三个标准溶液；

###### 4.11.2.5 高纯乙炔气。

##### 4.11.3 仪器

原子吸收光谱仪。

##### 4.11.4 测定条件

光源：铬空心阴极灯；

波长：359.3 nm；

火焰法：乙炔-空气。

##### 4.11.5 试验溶液及空白参比溶液的制备

同4.10.5。

##### 4.11.6 分析步骤

在(4.11.4)条件下用原子吸收光谱仪测定空白参比液、铬(Cr)标准溶液吸光度。以铬(Cr)标准溶液浓度为横坐标，所测得的吸光度与空白参比液的吸光度差值为纵坐标，绘制标准曲线。然后在(4.11.4)条件下测定试验溶液(4.11.5)吸光度。以该值与空白参比液的吸光度差值对照标准曲线查得试验溶液铬(Cr)浓度值，应小于1.0 μg/mL。

## 5 检验规则

### 5.1 组批

以批为单位(以一次拼混的均匀产品为一批)。

### 5.2 采样

瓶装产品采样应从每批包装产品箱总数中选取10%大箱,再从抽出的箱中选取10%瓶,在每瓶的中心处取出不少于50g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100g,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,一瓶留样备查。

### 5.3 检验

按本标准第3章的要求,逐批、全项目检验。

### 5.4 判定规则与复验

若检验结果有任何一项不符合本标准要求时,应重新自该批产品中取双倍试料,对该不合格项目进行复验,若复验结果符合本标准要求时,则判该批产品为合格品,反之,则判该批产品为不合格品。

## 6 标志、包装、运输和贮存

### 6.1 标志

每一瓶(袋、桶)出厂产品,应有明显的标识,内容包括:“食品添加剂”字样、产品名称、生产厂名和地址、商标、生产和食品卫生许可证号、产品标准号和标准名称、保质期、生产日期和批号、净含量、使用说明。

### 6.2 包装

使用食用级聚乙烯塑料瓶或其他符合食品和药品包装要求的材料包装,外套纸箱固封。包装形式可由制造厂商与用户协商确定。

### 6.3 运输

运输时必须防雨、防潮、防晒,不得与有毒、有害等其他物资混装、混运。

### 6.4 贮存

6.4.1 本产品贮存在干燥、通风、阴凉仓库内,防止污染。

6.4.2 在包装完整、未启封的情况下,自生产之日起保质期为五年。逾期重新检验是否符合本标准要求,合格仍可使用。

附 录 A  
(规范性附录)

三氯化钛标准滴定溶液的配制方法

A.1 试剂

A.1.1 盐酸；

A.1.2 硫酸亚铁铵；

A.1.3 硫氰酸铵溶液；200 g/L；

A.1.4 硫酸溶液；1+1；

A.1.5 三氯化钛溶液；

A.1.6 重铬酸钾标准滴定溶液： $[c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.1 \text{ mol/L}]$ ，按 GB/T 602 配制与标定。

A.2 仪器

见本标准图 1。

A.3 三氯化钛标准滴定溶液的配制

A.3.1 配制

取三氯化钛溶液 100 mL 和盐酸 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。

A.3.2 标定

称取 3 g 硫酸亚铁铵，精确至 0.2 mg，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滴定溶液 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，同时做一空白试验。

A.3.3 结果计算

三氯化钛标准溶液浓度的准确数值  $c(\text{TiCl}_3)$ ，单位以摩尔每升 (mol/L) 表示，按式 (A.1) 计算：

$$c(\text{TiCl}_3) = \frac{V_1 c_1}{V_2 - V_3} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

$V_1$ ——重铬酸钾标准滴定溶液 (A.1.6) 的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$V_2$ ——滴定被重铬酸钾标准溶液  $[c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.1 \text{ mol/L}]$  氧化成高钛所用去的三氯化钛溶液的数值体积，单位为毫升 (mL)；

$V_3$ ——滴定空白用去三氯化钛溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

$c_1$ ——重铬酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)。

计算结果表示到小数点后 4 位。

以上标定需在分析样品时即时标定。

## 附录 B

(规范性附录)

## 氯化钡标准溶液的配制方法

## B.1 试剂

B.1.1 氯化钡;

B.1.2 硫酸标准滴定溶液: [ $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.1\text{ mol/L}$ ], 按 GB/T 602 配制与标定;

B.1.3 氨水;

B.1.4 玫瑰红酸钠指示液(称取 0.1 g 玫瑰红酸钠, 溶于 10 mL 水中, 现配现用);

B.1.5 亮黄试纸。

## B.2 配制

称取氯化钡 12.25 g, 溶于 500 mL 水, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀。

## B.3 标定方法

吸取硫酸标准滴定溶液 20 mL, 加水 50 mL, 并用氨水中和到亮黄试纸呈碱性反应, 然后用氯化钡标准滴定溶液滴定, 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 不褪为终点。

## B.4 结果计算

氯化钡标准滴定溶液浓度的准确数值  $c(1/2\text{BaCl}_2)$ , 单位以摩尔每升 (mol/L) 表示, 按式 (B.1) 计算:

$$c(1/2\text{BaCl}_2) = \frac{Vc}{V_1} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

V——硫酸标准滴定溶液 (B.1.2) 的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

c——硫酸标准滴定溶液浓度的准确数值, 单位为摩尔每升 (mol/L);

V<sub>1</sub>——氯化钡标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升 (mL)。

计算结果表示到小数点后 4 位。