

中华人民共和国国家标准

UDC 661.725.9
:664

食品添加剂
红花黄色素

GB 5176—85

Food additive
Carthamin yellow

本标准适用于以红花为原料生产的花黄色素，作为食品着色剂。

1 技术要求

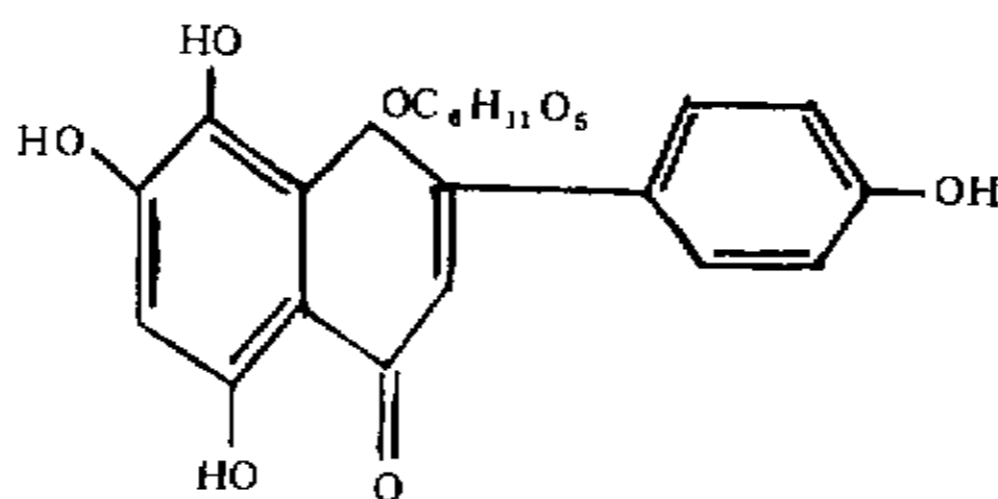
1.1 项目和指标

项 目	指 标
干燥失重, %	< 10
灼烧残渣, %	< 14
吸光度 ($E_{1\text{cm}}^{0.01\% \text{溶液}}$)	> 0.4
铅 (Pb), %	< 0.0005
砷 (As), %	< 0.0001
汞 (Hg), %	< 0.00003

2 分子式、结构式、分子量

2.1 分子式: $C_{21}H_{22}O_{11}$

2.2 结构式:



2.3 分子量: 450.39

3 物理性状

红花黄色素为黄色或棕黄色粉末, 易吸潮, 吸潮时呈褐色, 并结成块状。易溶于水、甲醇, 微溶于乙醇, 不溶于乙醚和石油醚。耐光性较好, 在PH5~7范围内色调稳定。吸潮后的产品不影响使用效果。

4 试验方法

除特别注明外, 试验中所用试剂为分析纯试剂; 水为蒸馏水或相应纯度的水; 溶液为水溶液。仪器设备为一般实验室仪器设备。

4.1 干燥失重的测定

4.1.1 测定手续

称取样品3g(称准至0.0002g), 置于已在105±2℃烘至恒量的称量瓶内, 置于105±2℃烘箱中, 烘至恒量。

4.1.2 计算和结果的表示

干燥失重(X_1 , 以质量百分数表示)按式(1)计算。

$$X_1 (\%) = \frac{(G_1 - G_2)}{G} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中: G_1 ——称量瓶和样品质量, g;

G_2 ——烘后称量瓶和样品质量, g;

G ——样品质量, g。

4.2 灼烧残渣的测定

4.2.1 测定手续

称取样品3g(称准至0.0002g), 置于已在700~800℃恒量的瓷坩埚中, 先低温炭化(约300℃), 再高温灰化(约500℃), 移入马福炉中在700~800℃下灼烧至恒量。

4.2.2 计算和结果的表示

灼烧残渣(X_2 , 以质量百分数表示)按式(2)计算。

$$X_2 (\%) = \frac{(G_1 - G_2)}{G} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中: G_1 ——坩埚和残渣质量, g;

G_2 ——坩埚质量, g;

G ——样品质量, g。

4.3 吸光度的测定

4.3.1 仪器设备

紫外分光光度计, 附1cm比色皿。

4.3.2 测定手续

称取样品0.1g于小称量瓶内, 置于干燥器中, 在室温下干燥24h。准确称量(称准至1.0000g), 溶解在100ml容量瓶中, 用蒸馏水稀释至刻度, 摇匀、过滤。用移液管吸取10ml滤液于100ml容量瓶中, 用水稀释至刻度, 此液作为被测定的溶液。取出稀释液置于1cm比色皿中, 用紫外分光光度计于400nm波长处, 以蒸馏水作参比液, 测定其吸光度。

4.3.3 计算和结果的表示

0.1g样品的吸光度(A_2)按式(3)计算:

$$A_2 = \frac{0.1 A_1}{G_1} \dots\dots\dots (3)$$

式中: A_1 ——实测样品的吸光度;

G_1 ——准确称量的样品质量, g。

4.4 铅、砷含量的测定

4.4.1 样品处理

4.4.1.1 试剂和溶液

4.4.1.1.1 硝酸(GB 626-78)。

4.4.1.1.2 硫酸(GB 625-77)。

4.4.1.2 操作方法

称取样品 5 g (称准至 0.01 g) 于凯氏烧瓶中, 加玻璃珠三粒, 加硝酸 10 ml, 然后小心地缓缓加入硫酸 5 ml, 待反应缓和后, 小心加热至瓶中液体开始变棕色时, 逐次滴加硝酸至有机物分解完全, 再升高温度, 至发生三氧化硫白烟为止, 此时溶液应无色或微带黄绿色。如温度升高后溶液变棕色, 应再加硝酸破坏有机质。放冷, 小心加水 10 ml, 煮沸, 赶走残余的硝酸至瓶内发生三氧化硫白烟。如果需要, 则可重复数次以除去残余的硝酸, 直至液体变成无色透明为止。放冷, 小心将溶液用少量水稀释, 转入 50 ml 容量瓶中, 用水洗涤凯氏烧瓶数次, 洗涤液并入容量瓶中, 冷却, 加水至刻度, 摇匀。此液供铅、砷含量测定用。

用同量试剂按上述操作一份空白。

4.4.2 铅含量的测定

4.4.2.1 仪器设备

分光光度计, 附 2 cm 比色皿。

4.4.2.2 试剂和溶液

所用试剂和水必须无铅, 如含铅应处理除去。

4.4.2.2.1 柠檬酸氢二铵 (HGB 3294-60): 20% 溶液。

4.4.2.2.2 盐酸羟胺 (HG 3-967-76): 20% 溶液。

4.4.2.2.3 盐酸 (GB 622-77): 10% 溶液, 取盐酸 23.5 ml, 加入水中并稀释至 100 ml。

4.4.2.2.4 硝酸 (GB 626-78): 1% 溶液。

4.4.2.2.5 氨水 (GB 631-77)。

4.4.2.2.6 三氯甲烷 (GB 682-78)。

4.4.2.2.7 95% 乙醇 (GB 679-80)。

4.4.2.2.8 百里香酚蓝 (麝香草酚蓝) (HG 3-1223-79): 0.1% 溶液, 称取麝香草酚蓝 0.1 g 溶于 100 ml 乙醇中, 过滤即得。

4.4.2.2.9 氰化钾: 10% 溶液。

4.4.2.2.10 氰化钾-氨水混合液: 取 10% 氰化钾溶液 20 ml, 置于 150 ml 烧杯中, 加入氨水 15 ml, 用水稀释至 100 ml。

4.4.2.2.11 二苯基硫巴脘 (双硫脘) (HGB 3343-60): 称取双硫脘 0.1 g (称准至 0.0002 g), 置于 100 ml 烧杯中, 加少量三氯甲烷使其溶解, 溶液倾入 100 ml 容量瓶中, 用少量三氯甲烷洗涤烧杯三次, 洗涤液并入容量瓶中, 加三氯甲烷稀释至刻度、摇匀, 以此为贮备液。临用时吸取贮备液 5 ml、1 ml 分别注入 100 ml 容量瓶中, 加入三氯甲烷分别稀释至刻度、摇匀。两种溶液分别含双硫脘各为 5 mg/100 ml、1 mg/100 ml。

4.4.2.2.12 铅标准溶液: 按 GB 602-77 《化学试剂 杂质标准溶液制备方法》配制, 含铅 (Pb) 0.1 mg/ml, 临用时吸取此液 10 ml 于 1000 ml 容量瓶中, 加水稀释至刻度、摇匀。此液含铅 (Pb) 为 1 μg/ml。

4.4.2.3 标准曲线的绘制

在 6 个分液漏斗中, 各加入 1% 硝酸溶液 20 ml, 氰化钾-氨水混合液 4 ml, 分别用 5 mg/100 ml 双硫脘-三氯甲烷液提取一次, 弃去三氯甲烷层, 用少量三氯甲烷洗去残留的双硫脘, 直至三氯甲烷液层为无色止, 然后顺序加入铅标准液 0.0、1.0、3.0、5.0、7.0、9.0 ml 于 6 个分液漏斗中, 分别用

1 mg/100ml 双硫脲-三氯甲烷液10ml 抽提一次, 振摇 1 min, 分出三氯甲烷液层置于 2 cm 比色皿中, 用分光光度计于 510nm 波长处测其吸光度, 以试剂空白为零点, 绘制标准曲线。

4.4.2.4 测定手续

准确吸取试样 (4.4.1.2) 10ml, 置于 125ml 分液漏斗中, 加入 20% 柠檬酸氢二铵溶液 15ml、20% 盐酸羟胺溶液 1ml 及 0.1% 麝香草酚蓝溶液 2~4 滴, 再加氨水至溶液为蓝绿色, 加 10% 氰化钾溶液 5ml, 再用 10% 盐酸溶液调节溶液为草绿色 (此时 pH 约为 9), 以 5 mg/100ml 双硫脲-三氯甲烷液 2~3 ml 抽提数次, 直到最后一次抽提液仍为绿色为止。合并抽提液, 用 15ml 水振摇洗涤, 分出三氯甲烷液层于第二个分液漏斗内, 洗涤水用 5 mg/100ml 双硫脲-三氯甲烷液 2~3 ml 抽提一次, 分出三氯甲烷液层并入第二个分液漏斗内, 用 1% 硝酸溶液 20ml, 每次 10ml, 提取二次, 弃去三氯甲烷液层, 合并硝酸提取液于另一个分液漏斗内, 用少量三氯甲烷 3~5 ml 洗涤酸溶液, 至三氯甲烷液层为无色, 以除去残留的双硫脲, 如果液面有三氯甲烷液滴, 开启塞子让其挥发, 如果器壁残留三氯甲烷液, 则转动漏斗, 让其沉于底部后分去, 然后加入 氰化钾-氨水混合液 4ml、1 mg/100ml 双硫脲-三氯甲烷液 10ml, 振摇 1 min, 静置分层, 用脱脂棉擦净漏斗出口处, 分出三氯甲烷液层经干燥脱脂棉过滤, 弃去初滤液, 收集滤液于 2 cm 比色皿中, 用分光光度计于 510nm 波长处测其吸光度, 将测定结果与铅标准曲线对照, 查得铅含量, 同时吸取与样品同时处理的试剂空白液 10ml 与样品同时操作, 并在样品结果中减去空白中所测铅含量。

4.4.2.5 计算和结果的表示

铅含量 (X_3 , 以质量百分数表示) 按式 (4) 计算。

$$X_3 (\%) = \frac{(A - B)}{\frac{1}{5}G} \times 0.0001 \dots \dots \dots (4)$$

式中: A ——样品溶液相当于铅标准微克数, μg ;
 B ——试剂空白相当于铅标准微克数, μg ;
 G ——样品质量, g 。

4.4.3 砷含量的测定

4.4.3.1 仪器设备

分光光度计, 附 1 cm 比色皿。

4.4.3.2 试剂和溶液

4.4.3.2.1 无砷金属锌 (GB 2304—80)。

4.4.3.2.2 硫酸 (GB 625—77): 1:1 溶液。

4.4.3.2.3 碘化钾 (GB 1272—77): 15% 溶液。

4.4.3.2.4 盐酸 (GB 622—77)。

4.4.3.2.5 氯化亚锡 (GB 638—78): 40% 溶液, 取氯化亚锡 40g, 加入盐酸 50ml, 溶解后用水稀释至 100ml。

4.4.3.2.6 乙酸铅 (HG 3—974—76): 10% 溶液。

4.4.3.2.7 乙酸铅棉花: 将脱脂棉浸入乙酸铅溶液中, 浸透, 取出挤去多余溶液, 晾干即成。

4.4.3.2.8 三氯甲烷 (氯仿) (GB 682—78)。

4.4.3.2.9 三乙醇胺。

4.4.3.2.10 二乙基二硫代氨基甲酸银-三氯甲烷-三乙醇胺混合液: 取 1g 二乙基二硫代氨基甲酸银溶于 250ml 三氯甲烷中, 待溶完后, 再加入 7.5ml 三乙醇胺混匀后备用。

4.4.3.2.11 砷标准溶液: 按 GB 602—77 配制, 含砷 (As) 0.1mg/ml, 临用时准确吸取此液 1ml 于 100ml 容量瓶中, 用新煮沸的冷水稀释至刻度、摇匀, 此液含砷 (As) 为 1 μg /ml。

4.4.3.3 标准曲线的绘制

准确吸取砷标准液 (1 μg /ml) 0.0、0.5、1.0、2.0、3.0ml, 分别置于砷化氢发生器中, 各加水

使其总体积为40ml,加入1:1硫酸溶液10ml,加入15%碘化钾溶液1ml,40%氯化亚锡溶液2ml混匀,加入无砷金属锌3g,迅速塞上装有乙酸铅棉花的导气管,并将导气管的管嘴插入盛有二乙基二硫代氨基甲酸银-三氯甲烷-三乙醇胺混合液(4.4.3.2.10)5ml的量筒中,待气体发生20min后摇动砷化氢发生器,再过20min取出导气管,量筒中溶液不足5ml,应用二乙基二硫代氨基甲酸银-三氯甲烷-三乙醇胺混合液(4.4.3.2.10)补足5ml,将此液移入1cm比色皿中,用分光光度计于540nm波长处测其吸光度,以试剂空白为零点,绘制标准曲线。

4.4.3.4 测定手续

准确吸取试样(4.4.1.2)10ml于碘化氢发生器中,加水至40ml,加硫酸溶液(1:1)10ml,加15%碘化钾溶液1ml,40%氯化亚锡溶液2ml,混匀,加入锌粒3g,迅速塞上装有乙酸铅棉花的导气管,并将导气管的管嘴插入盛有二乙基二硫代氨基甲酸银-三氯甲烷-三乙醇胺混合液5ml的量筒中,待气体发生20min后摇动砷化氢发生器,再过20min取出导气管,量筒中溶液若不足5ml,应用二乙基二硫代氨基甲酸银-三氯甲烷-三乙醇胺混合液补足5ml,将此液移入1cm比色皿中,用分光光度计于540nm波长处测其吸光度,将测定结果与砷标准曲线对照,查得砷含量,同时吸取与样品同时处理的试剂空白液10ml,与样品同时操作,并在结果中减去空白中所测得的砷含量。

4.4.3.5 计算和结果的表示

砷含量(X_4 ,以质量百分数表示)按式(5)计算。

$$X_4 (\%) = \frac{A - B}{\frac{1}{5}G} \times 0.0001 \dots\dots\dots (5)$$

式中: A ——样品溶液相当于砷标准微克数, μg ;
 B ——试剂空白相当于砷标准微克数, μg ;
 G ——样品质量, g。

4.5 汞含量的测定

4.5.1 仪器设备

测汞仪,附20ml硬质玻璃还原瓶。

4.5.2 试剂和溶液

4.5.2.1 硝酸(GB 626-78)。

4.5.2.2 硫酸(GB 625-77): 1N溶液。

4.5.2.3 盐酸羟胺(HG 3-967-76): 20%溶液。

4.5.2.4 高锰酸钾(GB 643-77): 饱和溶液(室温)。

4.5.2.5 盐酸(GB 622-77)。

4.5.2.6 氯化亚锡(GB 638-78): 40%溶液,取氯化亚锡40g,加入盐酸50ml,溶解后用水稀释至100ml。

4.5.2.7 汞标准溶液:按GB 602-77配制,含汞(Hg)0.1mg/ml,临用时吸取此液1ml,置于100ml容量瓶中,加1N硫酸溶液稀释至刻度,摇匀,再吸取稀释液1ml,置于另一100ml容量瓶中,加1N硫酸溶液稀释至刻度,摇匀,此液含汞(Hg)为0.01 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 。

4.5.3 样品处理

称取样品5g(称准至0.01g),置于500ml圆底烧瓶中,加玻璃珠三粒,装上冷凝装置,从冷凝管顶部缓缓加入硝酸30ml后,加入浓硫酸10ml,缓缓加热回流3h,稍冷,加盐酸羟胺溶液10ml,再回流加热10min,用少量水洗涤冷凝管,冷却后经玻璃棉过滤入100ml容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,此液供汞含量测定用。

4.5.4 标准曲线的绘制

4.5.4.1 仪器调整

将测汞仪放在工作台上，用塑料软管连接还原瓶，接通220V 50Hz交流电流。把“粗调”、“细调”、“校零”旋钮依次逆时针旋到最小位置，“光路切换开关”按到“校正”位置。开启电源及泵开关预热30min左右，把“光路切换开关”按到“测定”位置。按顺时针方向依次调节“粗调”、“细调”旋钮，使“读数指示器”指针指在透光率(T) 100%处，接着再把“光路切换开关”按到“校正”位置，“读数指示器”指针移向透光率(T) 0%处，略等片刻待指针基本稳定，调节“校零”旋钮使指针指在透光率(T) 0%处，再把“光路切换开关”按到“测定”位置略等片刻，调节“细调”、“粗调”旋钮指针指到透光率(T) 100%，重复调节数次，使“光路切换开关”在“测定”时指针指在透光率(T) 100%，“校正”时指针指在透光率(T) 0%，此时仪器即可进行测定。

4.5.4.2 操作手续

准确吸取汞标准液(0.01 μ g/ml) 0.0、2.0、4.0、6.0、8.0、10.0ml，分别置于20ml 还原瓶中，加入浓硫酸0.5ml、高锰酸钾饱和溶液1.5ml，放置10~15min，加入20%盐酸羟胺溶液0.5ml，使溶液的红色消失，加入40%氯化亚锡溶液2ml，迅速塞上带有塑料软管的塞子，开启三通玻璃开关，接通已调整好的测汞仪的循环泵，注视仪器表头指针的位移，读下指针所示的最大吸光度，以空白试剂为零点，绘制标准曲线。

4.5.5 测定手续

准确吸取试样(4.5.3) 5ml，置于20ml还原瓶中，加入高锰酸钾饱和溶液至红色不消失为止，放置10~15min，加入20%盐酸羟胺溶液0.5ml，待红色消失后，再加入40%氯化亚锡溶液2ml，以下操作同标准曲线的绘制，将所得的吸光度与标准曲线对照，查得汞含量，同时吸取与样品同时处理的试剂空白液5ml，与样品同时操作，并在结果中减去空白中所测得的汞含量。

4.5.6 计算和结果的表示

汞含量(X_5 ，以质量百分数表示)按式(6)计算。

$$X_5 (\%) = \frac{(A - B)}{\frac{1}{20}G} \times 0.0001 \dots \dots \dots (6)$$

式中：A——样品溶液相当于汞标准微克数， μ g；
B——试剂空白相当于汞标准微克数， μ g；
G——样品质量，g。

5 验收规则

5.1 本品应由生产厂的技术检验部门负责检验验收，生产厂应保证出厂产品都符合本标准的要求，并在包装物内附有产品合格证。

5.2 使用单位可按本标准的各项规定，核验产品质量是否符合本标准的要求。

5.3 检验用的试样，应由每批产品中按5%~10%在每筒的不同部位抽取，试样经充分混匀，以四分法缩分至200g，分别装入两个试样袋中，一袋密封保存于干燥处，以备仲裁，一袋供试验用。

5.4 检验结果中的任何一项不符合本标准的规定时，应重新从二倍量的包装中抽取试样复验，重新检验结果若仍有一项不合格，则该批产品不能验收。

5.5 当使用单位对产品质量提出异议需仲裁时，仲裁机构由双方协商选定，仲裁时应按照本标准规定的检验方法，进行仲裁分析。

6 包装、标志、贮存及运输

6.1 红花黄色素大包装用内衬聚乙烯塑料袋的铁筒包装，每筒净重2kg，小包装为塑料筒或铁筒包装，每筒净重0.5kg。

6.2 包装筒和包装箱上应标明：生产厂名、产品名称、批号、净重、毛重和出厂日期，并在显著位置标明“食品添加剂”字样，包装筒上附有使用方法及贮存条件。

6.3 运输装卸应轻放，防止雨淋、曝晒，车船需清洁、无毒、无味，严禁与有毒物品或其他有污染的物质混合存放。

附加说明：

本标准由中华人民共和国林业部和卫生部提出，由林业部科技司和卫生部食品卫生监督检验所归口。

本标准由昆明虫胶厂、云南省卫生防疫站负责起草。

本标准主要起草人李佳茵、师伟、唐侠民。