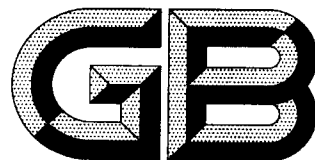


ICS 67.220.20
X 42



中华人民共和国国家标准

GB 1901—2005
代替 GB 1901—1994

食品添加剂 苯甲酸

Food additive—Benzoic acid

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

本标准表 1 中的部分指标为强制性的,其余为推荐性的。

本标准修改采用《日本食品添加物公定书》第七版(1999)“苯甲酸”(以下简称日本标准)(日文版)。本标准根据日本标准重新起草。

考虑到我国国情,在采用日本标准时,本标准做了一些修改。本标准与日本标准的主要差异如下:

- 增加了灼烧残渣项目(本标准的 3.2),这是为了对生产环境有严格的要求,同时也为了提高产品的质量;
- 邻苯二甲酸指标将 $\leq 50 \mu\text{g/g}$ 修改为通过试验(本标准的 3.2);
- 邻苯二甲酸测定方法由 0.1 g 试样加间苯二酚不显绿色荧光的试验方法代替日本标准的液相色谱法(本标准的 4.9),这是因为目前国内生产厂不具备液相色谱分析条件。

本标准代替 GB 1901—1994《食品添加剂 苯甲酸》。

本标准与 GB 1901—1994 相比主要变化如下:

- 增加了灼烧残渣项目(见 3.2),试验方法为硫酸浸润试样,800℃灼烧 2 h(见 4.12)。
- 将要求中“熔点范围”修改为熔点(1994 版的 3.2,本版的 3.2)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机化工分会(SAC/TC63/SC2)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:武汉有机实业股份有限公司。

本标准主要起草人:黄圣、朱前菊、孙凤娟、刘明。

本标准于 1980 年首次发布,1994 年 2 月第一次修订。

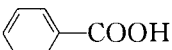
食品添加剂 苯甲酸

1 范围

本标准规定了食品添加剂苯甲酸的要求,试验方法,检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以石油甲苯为原料,经催化氧化、精制提纯制得的食品添加剂苯甲酸。该产品主要用作食品的防腐剂。

分子式: $C_7H_6O_2$

结构式: 

相对分子质量: 122.12(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 191 包装储运图示标志(GB/T 191—2000,eqv ISO 780:1997)

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 617 化学试剂 熔点范围测定通用方法

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

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

GB/T 5009.76 食品添加剂中砷的测定

GB/T 9737 化学试剂 易炭化物质测定通则

3 要求

3.1 外观:白色结晶体,微有安息香或苯甲醛气味。

3.2 食品添加剂苯甲酸应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标
苯甲酸(以干基计)的质量分数/%	\geq 99.5
熔点/°C	121~123
易氧化物试验	通过试验
易炭化物试验	通过试验
重金属(以 Pb 计)的质量分数/%	\leq 0.001
砷(As)的质量分数/(mg/kg)	\leq 2
氯化物(以 Cl 计)的质量分数/%	\leq 0.014

表 1(续)

项 目	指 标
干燥减量的质量分数/%	≤ 0.5
灼烧残渣的质量分数/%	≤ 0.05
邻苯二甲酸试验	通过试验
注：砷(As)和重金属(以 Pb 计)的质量分数为强制性要求。	

4 试验方法

4.1 警示

试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和健康措施。

4.2 一般规定

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。分析中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

4.3 鉴别试验

4.3.1 试剂

4.3.1.1 氢氧化钠溶液:40 g/L;

4.3.1.2 盐酸溶液:1+3;

4.3.1.3 三氯化铁溶液:100 g/L。

4.3.2 分析步骤

称取约 1 g 实验室样品,溶于 20 mL 氢氧化钠溶液,加 1 滴三氯化铁溶液,生成赭色沉淀,再加盐酸溶液酸化,析出白色沉淀。

4.4 苯甲酸含量的测定

4.4.1 方法提要

以中性乙醇为溶剂,酚酞为指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定试样,根据氢氧化钠标准滴定溶液的用量计算苯甲酸含量。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 中性乙醇溶液:体积分数 50%。量取 50 mL 乙醇(体积分数为 95%),加 50 mL 水,混匀,加 2 滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色;

4.4.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$;

4.4.2.3 酚酞指示液:10 g/L。

4.4.3 分析步骤

称取约 0.25 g 4.11.2 中干燥物 A,精确至 0.000 2 g,置于锥形瓶中,加 25 mL 中性乙醇溶液溶解,再加 2 滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至试验溶液呈粉红色。

4.4.4 结果计算

苯甲酸(以干基计)的质量分数 w_1 ,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V/1\ 000)cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V ——试料消耗氢氧化钠标准滴定溶液(4.4.2.2)的体积的准确数值,单位为升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——苯甲酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=122.12$)。

计算结果表示至小数点后两位。

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

4.5 熔点的测定

按 GB/T 617 的规定进行。以终熔温度作为测定结果。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.1℃。

4.6 易氧化物试验

4.6.1 方法提要

样品中易氧化物与高锰酸钾反应,反应完全后,试液呈高锰酸钾溶液的粉红色时为反应终点,以消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积数控制易氧化物的量。

4.6.2 试剂

4.6.2.1 硫酸;

4.6.2.2 高锰酸钾标准滴定溶液: $c(1/5\text{KMnO}_4)=0.1\text{ mol/L}$ 。

4.6.3 分析步骤

称取 1.0 g 实验室样品,精确至 0.001 g。在 100 mL 水中加 1.5 mL 硫酸,边煮沸边滴加高锰酸钾标准滴定溶液至粉红色,保持 30 s 不褪色,趁热加入已称试样,在溶液约 70℃ 时,用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至粉红色,保持 15 s 不褪色,所用高锰酸钾标准滴定溶液不应超过 0.5 mL。

4.7 易炭化物试验

4.7.1 方法提要

硫酸使样品中的易炭化有机物失水,将这些有机物炭化,使试验溶液呈现颜色,与标准比色液比色,控制易炭化物的量。

4.7.2 试剂

4.7.2.1 硫酸:优级纯;

4.7.2.2 Q 标准色:按 GB/T 9737 规定的方法进行配制和标定。

4.7.3 分析步骤

称取 0.50 g 实验室样品,精确至 0.001 g,置于 10 mL 的比色管中,加 5 mL 硫酸,振摇,使试样溶解均匀后,溶液所呈颜色不得深于 Q 标准色。

4.8 重金属(以 Pb 计)含量的测定

4.8.1 试剂

4.8.1.1 乙醇(体积分数 95%);

4.8.1.2 乙酸-乙酸铵缓冲溶液: $\text{pH}=3.5$ 。称取 25.0 g 乙酸铵,溶于 25 mL 水,加 45 mL(1+1)盐酸,用(1+11)盐酸或(1+13)氨水调节 pH 值至 3.5,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度;

4.8.1.3 饱和硫化氢水;

4.8.1.4 铅(Pb)标准溶液:0.1 mg/mL。

4.8.2 分析步骤

称取 1.0 g 实验室样品,精确至 0.001 g,置于 50 mL 比色管中,加 20 mL 乙醇溶解,加 5 mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液,混匀,作为试验溶液。另取一支同样的比色管,加 0.10 mL 铅(Pb)标准溶液(相当于 0.01 mg Pb)和 5 mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液,用水稀释至 25 mL 作为标准比色溶液。在两支比色管中,分别加入 10 mL 饱和硫化氢水,加水至 50 mL 刻度,混匀,于暗处放置 5 min,在白色背景下轴向观察,试验溶液的颜色不得深于标准比色溶液。

4.9 砷(As)含量的测定

按 GB/T 5009.76 中“砷斑法”的规定进行测定。实验室样品按“干灰化法”处理,测定时量取 10.0 mL 试样液(相当于 1.0 g 实验室样品),量取 2.0 mL 砷(As)标准溶液(相当于 0.002 mg As)制备限量标准液。

4.10 氯化物(以 Cl 计)含量的测定

4.10.1 方法提要

试样中含有有机氯(芳香族氯化物)和无机氯化物,通过加入碳酸钙,在高温下灼烧,使有机氯转化为氯化钙,与无机氯一起溶入试样溶液。在酸性条件下,试样溶液中的氯离子与硝酸银溶液反应生成氯化银沉淀,其产生的浊度应不大于标准比浊溶液。

4.10.2 试剂

4.10.2.1 碳酸钙;

4.10.2.2 硝酸溶液:1+9;

4.10.2.3 硝酸银溶液:17 g/L;

4.10.2.4 氯化物(Cl)标准溶液:0.1 mg/mL。

4.10.3 分析步骤

称取约 0.5 g 实验室样品和约 0.7 g 碳酸钙,精确至 0.001 g,置于瓷坩埚内,加少量水混合,于 100℃±5℃干燥至无明显湿迹,在约 600℃灼烧 10 min,冷却,加 20 mL 硝酸溶液溶解残留物,并过滤溶液于 50 mL 比色管中,用 15 mL 水洗涤不溶物,洗液与滤液合并,加水至 50 mL 刻度,作为试验溶液。

另称取约 0.7 g 碳酸钙,精确至 0.001 g,加 20 mL 硝酸溶液溶解,当有不溶物时过滤,加 0.7 mL 氯化物(Cl)标准溶液,加水至 50 mL 刻度,作为标准比浊溶液。

在两溶液中各加 0.5 mL 硝酸银溶液,充分摇匀,放置 5 min,试验溶液的浊度不得大于标准比浊溶液。

4.11 干燥减量的测定

4.11.1 仪器

称量瓶:φ50 mm×30 mm。

4.11.2 分析步骤

称取约 1 g 实验室样品,精确至 0.000 2 g,置于已恒量的称量瓶中,使试料厚度均匀。打开瓶盖,于放有变色硅胶的干燥器中干燥 3 h,取出,盖上瓶盖,称量,精确至 0.000 2 g。保留干燥物 A 用于苯甲酸含量的测定。

4.11.3 结果计算

干燥减量的质量分数 w_2 ,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_1 ——干燥后试料质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后两位。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.04%。

4.12 灼烧残渣的测定

4.12.1 试剂

硫酸。

4.12.2 分析步骤

称取约 2 g 实验室样品,精确至 0.000 2 g,于已恒量的瓷坩埚中,加硫酸润湿,缓缓灼烧,使试样炭化,冷却,再加硫酸润湿,慢慢加热至几乎不产生硫酸蒸汽,于 800℃灼烧 2 h,置干燥器内冷却至室温,称量。

4.12.3 结果计算

灼烧残渣的质量分数 w_3 ,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_2 ——灼烧后残渣质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后两位。

4.13 邻苯二甲酸试验

4.13.1 方法提要

样品中的邻苯二甲酸在酸性加热条件下与间苯二酚生成荧光物质,该物质在碱性溶液中呈绿色荧光,在日光下观察,不显绿色荧光为通过试验。该试验方法检测灵敏度为 0.002%。

4.13.2 试剂

4.13.2.1 间苯二酚:新升华精制;

4.13.2.2 硫酸;

4.13.2.3 氢氧化钠溶液:400 g/L。

4.13.3 分析步骤

称取 0.10 g 实验室样品,精确至 0.001 g,置于试管中,加 2 mg~3 mg 新升华精制的间苯二酚和 1 mL 硫酸,混匀,在 125℃~130℃ 的油浴中加热 5 min,冷却后加 5 mL 水,滴加氢氧化钠溶液,使溶液成碱性,再加水至体积约 10 mL,冷却至室温后,日光下观察不显绿色荧光。

5 检验规则

5.1 检验分为型式检验和出厂检验。

5.1.1 表 1 技术要求中的全部项目均为型式检验项目。在正常情况下,每个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时,也应进行型式检验。

- a) 更新关键生产工艺;
- b) 主要原料有变化;
- c) 停产又恢复生产;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异;
- e) 合同规定。

5.1.2 本标准表 1 技术要求中的苯甲酸(以干基计)的质量分数、熔点、氯化物(以 Cl 计)的质量分数、重金属(以 Pb 计)的质量分数、砷(以 As 计)的质量分数、干燥减量、灼烧残渣项目为出厂检验项目。出厂检验每批进行一次。

5.2 食品添加剂苯甲酸以不超过 10 t 的产品为一个检验批,一个月的产品至少分为 2 个检验批。每个检验批可由一个生产批构成,或由几个连续生产批构成。

5.3 食品添加剂苯甲酸检验批的采样单元数按 GB/T 6678—2003 中的 7.6 确定。采样时将采样器向包装物中心垂直线插入至料层深度 3/4 处采样,每件采样不少于 20 g。将所采样品充分混匀,以四分法缩分到 200 g,分别装入两个干燥、清洁的带磨口塞的瓶中密封,粘贴标签并注明生产厂名称、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶作为实验室样品供检验用,另一瓶作为留样备查。

5.4 食品添加剂苯甲酸应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准的规定对产品质量进行检验。生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。每件出厂的产品都应附有质量证明书,内容包括生产厂名称、厂址、产品名称、商标、“食品添加剂”字样、净质量、生产批号、保质期,产品质量符合本标准的证明及本标准编号。如果检验结果有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装单元中取样进行重新检验。重新检验结果即使只有一项指标不符合本标准要求,则整批产品为不合格。

6 标志、包装、贮存和运输

- 6.1 每件产品外包装物上应有牢固、清晰的标志,其内容包括生产厂名称、厂址、产品名称、商标、生产许可证号、“食品添加剂”字样、生产批号、净质量、本标准编号和 GB 191 规定的“怕雨”、“怕晒”标志。
 - 6.2 食品添加剂苯甲酸采用内衬食品用聚乙烯塑料袋,外套塑料纺织袋或铁桶的复合包装。内袋严密扎口或热合封口,每袋净质量 25 kg;每桶净质量 50 kg。或根据用户要求进行包装。
 - 6.3 食品添加剂苯甲酸应贮存于阴凉干燥处,防止受热或曝晒,不得与有毒有害物品混贮。
 - 6.4 食品添加剂苯甲酸在运输过程中应有遮盖防止雨淋受潮,不得与有毒有害物品混运。
 - 6.5 在符合包装、贮存、运输条件下,产品保质期为二年,逾期可重新检验,检验结果符合本标准要求时仍可使用。
-