

中华人民共和国国家标准

GB 1886.12—2015

食品安全国家标准 食品添加剂 丁基羟基茴香醚(BHA)

2015-09-22 发布 2016-03-22 实施

中 华 人 民 共 和 国 _{发 布} 国家卫生和计划生育委员会

前 言

本标准代替 GB 1916—2008《食品添加剂 叔丁基-4-羟基茴香醚》。 本标准与 GB 1916—2008 相比,主要变化如下:

——标准名称修改为"食品安全国家标准 食品添加剂 丁基羟基茴香醚(BHA)"。

食品安全国家标准

食品添加剂 丁基羟基茴香醚(BHA)

1 范围

本标准适用于对羟基茴香醚或对苯二酚与叔丁醇反应生成的食品添加剂丁基羟基茴香醚(BHA)。

- 2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量
- 2.1 化学名称

叔丁基-4-羟基茴香醚

2.2 分子式

 $C_{11}\,H_{16}\,O_2$

- 2.3 结构式
- 2.3.1 2-叔丁基-4-羟基茴香醚

2.3.2 3-叔丁基-4-羟基茴香醚

$$\begin{array}{c}
OH \\
C(CH_3)_3\\
OCH_3
\end{array}$$

2.4 相对分子质量

180.24(按 2007 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	白色或微黄色	
状态	结晶或蜡状固体	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光下,观察其色泽和状态,并嗅其气味
气味	具有轻微特征性气味	然几 1 7 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0 0

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
丁基羟基茴香醚 $(C_{11}H_{16}O_2)$ 含量, $w/\% \geqslant$	98.5	附录 A 中 A.3
熔点/℃	48~63	GB/T 617
硫酸灰分,∞/% ≤	0.05	附录 A 中 A.4
砷(As)/(mg/kg)	2.0	GB 5009.76
铅(Pb)/(mg/kg)	2.0	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和 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 溶解性

不溶于水,易溶于乙醇和丙二醇。

A.2.2 显色反应

A.2.2.1 试剂和材料

- **A.2.2.1.1** 乙醇溶液:72 %(体积分数)。
- A.2.2.1.2 2,6-二氯醌氯亚胺溶液:称取 0.1 g 2,6-二氯醌氯亚胺溶于 1 000 mL 无水乙醇。
- A.2.2.1.3 硼酸钠溶液:称取 2 g 硼酸钠(Na₂B₄O₇·10H₂O)溶于 100 mL 水中。

A.2.2.2 鉴别

称取 0.1 g 试样,溶于 1 000 mL 的乙醇溶液,取 5 mL 此溶液,加入 2 mL 硼酸钠溶液和 1 mL2,6-二氯醌氯亚胺溶液,混合,应呈蓝色。

A.3 丁基羟基茴香醚 $(C_{11}H_{16}O_2)$ 含量的测定

A.3.1 试剂和材料

- A.3.1.1 4-叔丁基苯酚。
- A.3.1.2 丙酮。
- A.3.1.3 3-叔丁基-4-羟基茴香醚(3-BHA)和 2-叔丁基-4-羟基茴香醚(2-BHA)标准品。

A.3.2 仪器和设备

气相色谱仪:配有氢火焰离子化检测器。

A.3.3 参考色谱条件

- **A.3.3.1** 色谱柱: $1.8 \text{ m} \times 2 \text{ mm}$ (内径)不锈钢柱或其他等效色谱柱,填充 10 %GE XE-60 硅树脂或其他等同物。
- A.3.3.2 流速:30 mL/min。
- **A.3.3.3** 柱温:175 ℃~185 ℃。

- A.3.3.4 载气:氦气。
- A.3.3.5 进样量:5 μL。

A.3.4 分析步骤

A.3.4.1 内标溶液的制备

称取约 500 mg 4-叔丁基苯酚(精确至 0.2 mg),用丙酮溶解并定容至 100 mL。

A.3.4.2 标准溶液的制备

分别称取约 90~mg 3-叔丁基-4-羟基茴香醚 (3-BHA) 标准品和约 10~mg 2-叔丁基-4-羟基茴香醚 (2-BHA) 标准品 (5-BHA) 标准品 (5-BHA) 有限的 (5-BHA) 有限的

A.3.4.3 试样溶液的制备

称取约 100 mg 试样(精确至 0.2 mg),用内标溶液溶解并定容至 10 mL。

A.3.4.4 测定

在 A.3.3 参考色谱条件下,标准溶液和试样溶液各进样约 $5~\mu L$,记录色谱图。测定各异构体的峰面积。

A.3.5 结果计算

试样中各异构体的质量分数 w_i ,按式(A.1)计算:

$$w_i = \frac{\rho_i \times \frac{R_u}{R_i} \times 10}{m_1} \times 100\% \qquad \dots$$
 (A.1)

式中:

- ρ_i ——标准溶液中 3-BHA 或 2-BHA 的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- R_u ——试样溶液色谱图中 3-BHA 或 2-BHA 峰面积和内标液峰面积之比;
- R_i ——标准溶液色谱图中 3-BHA 或 2-BHA 峰面积和内标液峰面积之比;
- 10 ——试样处理后定容的体积,单位为毫升(mL);
- m_1 试样的质量,单位为毫克(mg)。

由式(A.1)计算得到两异构体 3-BHA 和 2-BHA 含量之和即为丁基羟基茴香醚(C11 H16 O2)含量。

A.4 硫酸灰分的测定

A.4.1 试剂和材料

浓硫酸。

A.4.2 仪器和设备

- A.4.2.1 坩埚:石英或铂坩埚。
- A.4.2.2 干燥器(用变色硅胶作干燥剂)。
- A.4.2.3 高温炉。

A.4.3 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于已恒重的坩埚内,缓缓炽灼至完全碳化。放冷,加 0.5 mL \sim 1.0 mL浓硫酸使其湿润,于低温下加热至烟雾除尽后,在 800 °C \pm 25 °C 高温炉中灼烧至完全 灰化。取出,置于干燥器内冷却,称量。再于 800 °C \pm 25 °C 灼烧至恒重。

A.4.4 结果计算

硫酸灰分的质量分数 ω ,按式(A.2)计算:

式中:

m₃——炽灼后试样和坩埚的质量,单位为克(g);

 m_2 ——坩埚的质量,单位为克(g);

 m_4 ——炽灼前试样和坩埚的质量,单位为克(g)。

试验结果以两次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得超过算术平均值的 10~%。

5