



中华人民共和国国家标准

GB 1886.183—2016

食品安全国家标准 食品添加剂 荚甲酸

2016-08-31 发布

2017-01-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

前　　言

本标准代替 GB 1901—2005《食品添加剂 萍苯酸》。

本标准与 GB 1901—2005 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 萍苯酸”;

——删除了砷项目;

——增加了邻苯二甲酸和联苯类项目及试验方法;

——修改了重金属含量的检验方法。

食品安全国家标准

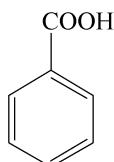
食品添加剂 荚甲酸

1 范围

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。

2 结构式、分子式和相对分子质量

2.1 结构式



2.2 分子式

C₇H₆O₂

2.3 相对分子质量

122.12(按 2011 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	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下,观察其色泽和状态,并嗅其气味
状态	晶体或结晶粉末	
气味	有轻微苯甲醛气味	

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
苯甲酸(以干基计)的含量, $w/\%$	\geqslant 99.5	附录 A 中 A.3
易氧化物	通过试验	附录 A 中 A.4
易炭化物	通过试验	附录 A 中 A.5
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	\leqslant 10	GB 5009.74 或附录 A 中 A.6
氯化物(以 Cl 计), $w/\%$	\leqslant 0.014	附录 A 中 A.7
干燥减量, $w/\%$	\leqslant 0.5	附录 A 中 A.8
灼烧残渣, $w/\%$	\leqslant 0.05	附录 A 中 A.9
邻苯二甲酸/(mg/kg)	\leqslant 100	附录 A 中 A.10
联苯类/(mg/kg)	\leqslant 100	附录 A 中 A.11

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 苯甲酸根的鉴别

A.2.1.1 试剂和材料

A.2.1.1.1 氢氧化钠溶液:40 g/L。

A.2.1.1.2 盐酸溶液:1+3。

A.2.1.1.3 三氯化铁溶液:100 g/L。

A.2.1.2 分析步骤

称取约 1 g 试样,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。

A.2.2 熔点范围

按 GB/T 617 的规定进行,以终熔温度作为测定结果。熔点范围为 121 °C ~ 123 °C。

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 °C。

A.3 苯甲酸(以干基计)含量的测定

A.3.1 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。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 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。

A.3.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.3.2.3 酚酞指示液:10 g/L。

A.3.3 分析步骤

称取约 0.25 g A.8.2 中干燥物 A,精确至 0.000 1 g,置于锥形瓶中,加 25 mL 中性乙醇溶液溶解,再滴加 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。

A.3.4 结果计算

苯甲酸(以干基计)含量的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

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

式中:

V ——试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——苯甲酸的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(C_7H_6O_2)=122.12$];

1 000——体积换算系数;

m ——干燥物 A 的质量,单位为克(g)。

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

A.4 易氧化物试验

A.4.1 方法提要

试样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。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 硫酸。

A.4.2.2 高锰酸钾标准滴定溶液: $c(\frac{1}{5} KMnO_4)=0.1 mol/L$ 。

A.4.3 分析步骤

称取 1.0 g 试样,精确至 0.001 g。在 100 mL 水中加入 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 °C 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。

A.5 易炭化物试验

A.5.1 方法提要

硫酸使试样中的易炭化有机物失水、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。

A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 硫酸:优级纯。

A.5.2.2 Q 标准色:按 GB/T 9737 规定的方法进行配制和标定。

A.5.3 分析步骤

称取 0.50 g 试样,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。

A.6 重金属(以 Pb 计)的测定

A.6.1 试剂和材料

A.6.1.1 乙醇:95%。

A.6.1.2 硫代乙酰胺溶液:取硫代乙酰胺 4 g,加水使溶解,定容至 100 mL,置于冰箱中保存。临用前取混合液(由 40 g/L 氢氧化钠溶液 15.0 mL、水 5.0 mL 和甘油 20.0 mL 组成)5.0 mL,加硫代乙酰胺溶液 1.0 mL,置水浴上加热 20 s,冷却,立即使用。

A.6.1.3 pH 3.5 的乙酸盐缓冲液:按 GB 5009.74 配制。

A.6.1.4 铅标准使用液($10 \mu\text{g}/\text{mL}$):按 GB 5009.74 配制。

A.6.2 仪器和设备

纳氏比色管:25 mL。

A.6.3 分析步骤

A.6.3.1 A 管:取纳氏比色管,加标准铅溶液 1.0 mL 与 pH 3.5 的乙酸盐缓冲液 2 mL 后,加乙醇稀释成 25 mL。

A.6.3.2 B 管:取试样 1.0 g 于纳氏比色管中,加乙醇 22 mL 溶解后,加 pH 3.5 的乙酸盐缓冲液 2 mL,用乙醇稀释成 25 mL。

A.6.3.3 C 管:取试样 1.0 g 于纳氏比色管中,加乙醇适量使溶解,再加 1.0 mL 铅标准使用液($10 \mu\text{g}/\text{mL}$)与 pH 3.5 的乙酸盐缓冲液 2 mL 后,加乙醇稀释成 25 mL。

A.6.3.4 在 A、B、C 三管中分别加硫代乙酰胺试液 2 mL,摇匀,放置 22 min,在白色背景下自上而下纵向观察,C 管的色度不浅于 A 管的色度,B 管的色度不深于 A 管的色度,则可判定试样中重金属(以 Pb 计)含量低于 $10 \text{ mg}/\text{kg}$ 。

A.7 氯化物(以 Cl 计)的测定

A.7.1 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。

A.7.2 试剂和材料

A.7.2.1 碳酸钙。

A.7.2.2 硝酸溶液:1+9。

A.7.2.3 硝酸银溶液: $17 \text{ g}/\text{L}$ 。

A.7.2.4 氯化物(Cl)标准溶液: $0.1 \text{ mg}/\text{mL}$ 。

A.7.3 分析步骤

称取约 0.5 g 试样和约 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 $100^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 干燥至无明显湿迹,在约 600°C 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。

A.8 干燥减量的测定

A.8.1 仪器和设备

称量瓶:Φ50 mm×30 mm。

A.8.2 分析步骤

称取约 1 g 试样, 精确至 0.000 1 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 1 g。保留干燥物 A 用于苯甲酸含量的测定。

A.8.3 结果计算

干燥减量的质量分数 w_2 , 按式(A.2)计算:

式中：

m ——试样的质量, 单位为克(g);

m_1 ——干燥后试样的质量,单位为克(g)。

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

A.9 灼烧残渣的测定

A.9.1 试剂和材料

硫酸($\geq 95\%$)。

A.9.2 分析步骤

称取约 2 g 试样, 精确至 0.000 1 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气, 于 800 ℃灼烧 2 h, 置于干燥器内冷却至室温, 称量。

A.9.3 结果计算

灼烧残渣的质量分数 w_3 , 按式(A.3)计算:

式中：

m_2 ——灼烧后残渣的质量,单位为克(g);

m_1 ——试样的质量,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定

值的算术平均值的 20%。

A.10 邻苯二甲酸的测定

A.10.1 方法提要

将试样溶解于甲醇和乙酸溶液的混合溶液中,用邻苯二甲酸作为外标物用液相色谱法定量测定苯甲酸中邻苯二甲酸的含量。

A.10.2 试剂和材料

A.10.2.1 甲醇。

A.10.2.2 乙酸溶液:1→100。

A.10.2.3 甲醇-乙酸溶液的混合液:2+3。

A.10.2.4 邻苯二甲酸标准品:质量分数≥99.5%。

A.10.2.5 邻苯二甲酸标准储备液(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$):称取 10 mg 邻苯二甲酸标准品,溶解于 30 mL 甲醇后,加乙酸溶液定容到 100 mL。

A.10.2.6 邻苯二甲酸标准工作液(1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$):取 1.0 mL 邻苯二甲酸标准储备液(A.10.2.5),用甲醇-乙酸溶液的混合液定容到 100 mL。

A.10.3 仪器和设备

液相色谱仪:配备紫外检测器。

A.10.4 色谱柱及操作条件

本标准推荐的色谱柱和色谱操作条件见表 A.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱及色谱操作条件也可使用。

表 A.1 推荐的色谱柱及色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱	C ₁₈ 柱
柱内径×柱长×粒度	4.6 mm×250 mm×5 μm
柱温度/℃	40
流动相	甲醇:乙酸溶液=3:7
测定波长/nm	228
流速/(mL/min)	1.0

A.10.5 分析步骤

称取 1 g 试样,精确到 0.000 1 g,置于 50 mL 容量瓶中,以 20 mL 甲醇溶解后,用乙酸溶液定容到刻线,作为试样测试液。分别取 20 μL 邻苯二甲酸标准工作液和试样测试液进样。

A.10.6 结果计算

邻苯二甲酸的质量分数 w_4 ,单位为毫克每千克(mg/kg),按式(A.4)计算:

$$w_4 = \frac{c_{\text{ST}} \times A_s \times V}{A_{\text{ST}} \times m} \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A.4})$$

式中：

c_{ST} ——邻苯二甲酸标准溶液的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

A_s ——试样测试液的峰面积;

V ——试样测试液的体积,单位为毫升(mL);

A_{ST} —— 邻苯二甲酸标准溶液的峰面积；

m ——试样的质量,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 20%。

A.11 联苯类的测定

A.11.1 方法提要

将试样溶解于 N,N-二甲基甲酰胺,用苯甲酸丙酯为内标物定量测定 5 种联苯类杂质:联苯、2-甲基联苯、3-甲基联苯、4-甲基联苯和苯甲酸苄酯的总含量。

A.11.2 试剂和材料

A.11.2.1 N,N-二甲基甲酰胺(DMF)。

A.11.2.2 混合标准工作液:取苯甲酸丙酯(NPB)、联苯(BP)、2-甲基联苯(2MBP)、3-甲基联苯(3MBP)、4-甲基联苯(4MBP)、苯甲酸苄酯(BB)各 20 mg, 精确到 0.1mg, 置于 50 mL 容量瓶中, 用 DMF 溶解, 加入 10.0 g 苯甲酸, 用 DMF 溶解定容。

A.11.2.3 苯甲酸丙酯(NPB)内标溶液(10 mg/mL):称取 250 mg NPB, 置于 25 mL 容量瓶中, 用 DMF 溶解定容。

A.11.3 仪器和设备

气相色谱仪：配备氢火焰离子检测器(FID)。

A.11.4 色谱柱及操作条件

本标准推荐的色谱柱和色谱操作条件见表 A.2。其他能达到同等分离程度的色谱柱及色谱操作条件也可使用。

表 A.2 推荐的色谱柱及色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱	熔融石英毛细管柱聚乙二醇(20M)
柱长×柱内径×膜厚	30 m×0.32 mm×1.00 μ m
柱温度	100 °C保持 1 min,以 3 °C/min 速率升温到 230 °C,保持 2 min
载气	氮气
进样口温度/°C	250
检测器温度/°C	250

A.11.5 分析步骤

称取 5 g 试样, 精确到 0.001 g, 置于 25 mL 容量瓶中, 加入 1.00 mL 莱甲酸丙酯(NPB)内标溶液, 用 DMF 定容至刻线, 摆匀, 作为试样测试液。分别取 1 μ L 混合标准工作液和试样测试液进样。

注: 溶液配制好后即开始色谱试验, 以免出现干扰峰。

A.11.6 结果计算

联苯类物质组分 i 的相对校正因子 f_i , 按式(A.5)计算:

$$f_i = \frac{A_{st} \times m_{ist}}{A_{ist} \times m_{st}} \quad \text{(A.5)}$$

式中:

A_{st} —— 混合标准工作液中内标物的峰面积;

m_{ist} —— 混合标准工作液中联苯类物质组分 i 的质量, 单位为毫克(mg);

A_{ist} —— 混合标准工作液中联苯类物质组分 i 的峰面积;

m_{st} —— 混合标准工作液中内标物的质量, 单位为毫克(mg)。

待测试样中联苯类物质组分 i 的含量 w_i , 单位为毫克每千克(mg/kg), 按式(A.6)计算:

$$w_i = \frac{f_i \times m_s \times A_{is} \times 1\,000}{m \times A_s} \quad \text{(A.6)}$$

式中:

f_i —— 联苯类物质组分 i 相对内标物的校正因子;

m_s —— 试样测试液中内标物的质量, 单位为毫克(mg);

A_{is} —— 试样测试液中联苯类物质组分 i 的峰面积;

1 000 —— 质量换算系数;

m —— 试样称样量, 单位为克(g);

A_s —— 试样测试液中内标物的峰面积。

待测试样中联苯类物质总含量 w_5 , 单位为毫克每千克(mg/kg), 按式(A.7)计算:

$$w_5 = \sum w_i \quad \text{(A.7)}$$

式中:

w_i —— 由式(A.6)计算的试样测试液中联苯类物质组分 i 的含量, 单位为毫克每千克(mg/kg)。

注: 联苯类物质组分 i 包括: 联苯(BP)、2-甲基联苯(2MBP)、3-甲基联苯(3MBP)、4-甲基联苯(4MBP)、苯甲酸苄酯(BB)5 种组分。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 30%。