

中华人民共和国国家标准

GB 14757—2010

食品安全国家标准
食品添加剂 烟酸

2010-12-21 发布

2011-02-21 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前　　言

本标准代替 GB14757—1993《食品添加剂 烟酸》

本标准与 GB14757—1993 相比主要变化如下：

——干燥减量指标由 1% 修改为 0.5%；

——增加了红外光谱鉴别法；

——增加了砷指标。

本标准的附录 A 和附录 B 为规范性附录。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB14757—1993。

食品安全国家标准

食品添加剂 烟酸

1 范围

本标准适用于化学合成法制得的食品添加剂烟酸。

2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

3 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

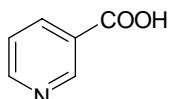
3.1 化学名称

吡啶-3-羧酸

3.2 分子式

C₆H₅NO₂

3.3 结构式



3.4 相对分子质量

123.11（按2007年国际相对原子量）

4 技术要求

4.1 感官要求：符合表1的规定。

表1 感官要求

项 目	要 求	检验方法
色泽	白色或类白色	取适量试样置于50mL烧杯中，在自然光下观察色泽和组织状态。闻其气味。
气味	无臭或有微臭	
组织状态	结晶性粉末	

4.2 理化指标：符合表2的规定。

表2 理化指标

项目	指 标	检 验 方法
烟酸（以干基计），w/%	99.5~101.0	附录A中A.4
干燥减量，w/%	≤ 0.5	附录A中A.5

表 2 (续) 理化指标

氯化物(以 Cl 计), w/%	≤	0.02	附录 A 中 A.6
灼烧残渣, w/%	≤	0.1	附录 A 中 A.7
砷(As)/(mg/kg)	≤	2	附录 A 中 A.8
熔点/°C		234~238	附录 A 中 A.9
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤	20	附录 A 中 A.10

附录 A

(规范性附录)

检验方法

A.1 安全提示

本标准试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，按相关规定操作，操作时需小心谨慎！若溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。在使用挥发性酸时，要在通风橱中进行。

A.2 一般规定

本标准所用试剂除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。

试验方法中所需标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 603 之规定制备。

A.3 鉴别试验

A.3.1 试剂与材料

A.3.1.1 95%乙醇。

A.3.1.2 2, 4-二硝基氯苯。

A.3.1.3 氢氧化钾溶液：取3.5 g氢氧化钾，加100 mL乙醇使溶解，静止后取上清液。

A.3.1.4 氢氧化钠溶液：4 g/L。

A.3.1.5 硫酸铜溶液：125 g/L。

A.3.2 鉴别方法

A.3.2.1 吡啶环的鉴别

A.3.2.1.1 方法提要

烟酸加2, 4-二硝基氯苯熔化后，生成季铵化合物，再加氢氧化钾溶液，即显紫红色（Vongerichten 反应）。

A.3.2.1.2 分析步骤

取约4 mg实验室样品，加8 mg 2, 4-二硝基氯苯，研匀，置试管中，缓缓加热熔化后，再加热数秒钟，冷却至室温，加3 mL氢氧化钾乙醇溶液。即显紫红色。

A.3.2.2 与硫酸铜的沉淀鉴别反应

A.3.2.2.1 方法提要

烟酸含羧基，用氢氧化钠中和后，遇硫酸铜生成淡蓝色烟酸铜沉淀。

A.3.2.2.2 分析步骤

取约50 mg实验室样品,加20 mL水溶解后,滴加氢氧化钠溶液至遇石蕊试纸显中性反应,加3 mL硫酸铜溶液,即缓缓析出淡蓝色沉淀。

A. 3. 2. 3 紫外分光光度法

A. 3. 2. 3. 1 方法提要

烟酸水溶液和烟酰胺水溶液按分光光度法测定，在262 nm波长处均有最大吸收，烟酸在237 nm波长处有最小吸收；烟酰胺在245 nm波长处有最小吸收，烟酸的吸收度比值 $A_{237\text{nm}}/A_{262\text{nm}}$ 为0.35~0.39；烟酰胺的吸收度比值 $A_{245\text{nm}}/A_{262\text{nm}}$ 为0.63~0.67。因此可用该方法来区别烟酸和烟酰胺。

A. 3. 2. 3. 2 分析步骤

取实验室样品适量，加水制成每1 mL中含20 μg 的溶液，按照分光光度法（中国药典2005年版二部附录IV A）测定，在 $262 \text{ nm} \pm 1 \text{ nm}$ 的波长处有最大吸收，在 $237 \text{ nm} \pm 1 \text{ nm}$ 的波长处有最小吸收； $237 \text{ nm} \pm 1 \text{ nm}$ 波长处的吸光度与 $262 \text{ nm} \pm 1 \text{ nm}$ 波长处的吸光度的比值应为 $0.35 \sim 0.39$ 。

A. 3. 2. 4 红外吸收光谱法

采用溴化钾压片法，按照GB/T 6040进行试验，实验室样品的红外光吸收图谱应与对照的图谱一致（对照图谱见附录B）。

A. 4 烟酸的测定

A. 4. 1 方法提要

以酚酞为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定样品水溶液，根据消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的用量，计算以 $C_6H_5NO_2$ 计的烟酸的含量。并将滴定的结果用空白试验校正。

A. 4. 2 试剂与材料

A. 4. 2. 1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

A. 4. 2. 2 酚酞指示液: 10 g/L乙醇溶液。

A. 4. 3 分析步骤

称取约 0.3 g 实验室样品，精确至 0.000 1 g，加 50 mL 新煮沸并冷却过的水溶解后，加 3 滴酚酞指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至粉红色。

A. 4. 4 结果计算

烟酸(以 C₆H₅NO₂ 计)的质量分数 w_1 , 数值以%表示, 按公式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{(V - V_0) \times c \times M}{m \times (1 - w_2) \times 1000} \times 100 \% \dots \dots \dots \quad (\text{A.1})$$

式中：

V——消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积数值，单位为毫升（mL）；

V_0 —空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积数值，单位为毫升（mL）；

c ——氯氧化钠标准滴定溶液实际浓度数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

m——实验室样品的质量数值，单位为克(g)；

w_2 —A.5 测得的干燥减量的数值, %;

M — 烟酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) [$M(C_6H_5NO_2) \equiv 123.1$]。

两次平行测定的绝对差值不大于 0.3%

A.5 干燥减量的测定

A. 5. 1 分析步骤

称取约 1.0 g 实验室样品，精确至 0.000 1 g，置于已在 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重的扁形称量瓶中，在 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 干燥 1h 后，放入干燥器内冷却至室温，称重。

A. 5. 2 结果计算

烟酸干燥减量以质量分数 w_2 计，数值以%表示，按公式（A.2）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots \quad (\text{A.2})$$

式中：

m_1 — 干燥前实验室样品和称量瓶的总质量数值 单位为克 (g);

m_2 —— 干燥后实验室样品和称量瓶的总质量数值 单位为克 (g)。

m 实验室样品的重量数值 单位为克 (g)

两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%。

△ 6 氯化物的测定

A 6.1 试剂和材料

A 6.1.1 硝酸溶液: 105→1000

A 6.1.2 硝酸银试液: 0.1 mol/L

A 6.1.3 标准氯化钠溶液的制备

称取约0.165 g氯化钠，精确至0.000 2 g，置1000 mL量瓶中，加水适量使溶解并稀释至刻度，摇匀，作为贮备液。

临用前，精密量取10 mL贮备液，置100 mL量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，即得(每1 mL相当于10 μ g的Cl⁻)。

A.6.2 分析步骤

按《中华人民共和国药典》2005年版二部附录VIII A 氯化物检查法，具体方法如下：

称取 $0.25 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 实验室样品。加水溶解使成 25 mL ，再加 10 mL 硝酸溶液，置于 50 mL 比色管中，加水使成 40 mL ，摇匀，即得供试溶液；同时取 5.0 mL 氯化钠标准溶液置于另一只 50 mL 比色管中，再加 10 mL 硝酸溶液，加水使成 40 mL ，摇匀，即得对照溶液。于供试溶液与对照溶液中分别加入 1.0 mL 硝酸银试液，用水稀释至 50 mL ，摇匀，在暗处放置 5min ，同置黑色背景上，供试液与对照液比较，供试液的浊度不得大于对照液的浊度。

A.7 灼烧残渣的测定

A.7.1 方法提要

样品加硫酸经灼烧后所留的硫酸盐，用重量法测定。

A.7.2 分析步骤

称取约 1.0 g 实验室样品，精确至 0.000 1 g，置于已在 $550^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 灼烧至恒重的瓷坩埚中，用小火缓缓加热至完全炭化，冷却至室温后，加 0.5 mL 硫酸使湿润，低温加热至硫酸蒸气除尽后，移入高温炉中，在 $550^{\circ}\text{C} \pm 50^{\circ}\text{C}$ 灼烧至恒重。

A. 7.3 结果计算

烟酸的灼烧残渣以质量分数 w_3 计，数值以%表示，按公式（A.3）计算：

式中：

m_3 ——残渣和坩埚的总质量数值, 单位为克 (g);

m_4 —— 坩埚的质量数值, 单位为克 (g) ;

m——实验室样品的质量数值，单位为克（g）。

取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 0.02%。

A. 8 砷的测定

A. 8. 1 方法提要

在强酸性溶液中，样品中的砷均可被金属锌还原成砷化氢，砷化氢再与溴化汞试纸作用生成棕黄色化合物。样品与砷标准溶液用同一方法处理所得的棕黄色化合物比较，以此检查样品中砷盐的限度。

A. 8. 2 分析步骤

称取 $5.0 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 实验室样品, 量取 $10 \text{ mL} \pm 0.05 \text{ mL}$ 限量砷标准溶液 (每 1 mL 溶液相当于 $1 \mu\text{g}$ 砷), 分别 GB/T5009.76-2003 第一法 5.2.2 干灰化法处理试样后, 按第二法砷斑法检测样品。试样的砷斑不得深于标准砷斑。

A.9 熔点的测定

按《中华人民共和国药典》2005年版二部附录VI C 熔点测定法第一法，具体方法如下：

取供试品适量，于扁形称量瓶中，在 $105^{\circ}\text{C}\pm2^{\circ}\text{C}$ 干燥1h后，放入干燥器内冷却至室温，取适量，置熔点测定用毛细管（简称毛细管，由中性硬质玻璃管制成，长9cm以上，内径0.9~1.1mm，壁厚0.10mm~0.15mm，一端熔封；当所用温度计浸入传温液在6cm以上时，管长应适当增加，使露出液面3cm以上）中，轻击管壁或借助长短适宜的洁净玻璃管，垂直放在表面皿或其他适宜的硬质物体上，将毛细管自上口放入使其自由落下，反复数次，使粉末紧密集结在毛细管的熔封端。装入供试品的高度为3mm。另将温度计（分浸型，具有 0.5°C 刻度，经熔点测定用对照品校正）放入盛装传温液（硅油或液状石蜡）的容器中，使温度计汞球部的底端与容器的底部距离2.5cm以上（用内加热的容器，温度计汞球与加热器上表面距离2.5cm以上）；加入传温液以使传温液受热后的液面适在温度计的分浸线处。将传温液加热，俟温度上升至较规定的熔点低限约低 10°C 时，将装有供试品的毛细管浸入传温液，贴附在温度计上（可用橡皮圈或毛细管夹固定），位置须使毛细管的内容物适在温度计汞球中部；继续加热，调节升温速率为每分钟上升 $1.0^{\circ}\text{C}\sim1.5^{\circ}\text{C}$ ，加热时须不断搅拌使传温液温度保持均匀，记录供试品在初熔至全熔时的温度，重复测定3次，取其平均值。

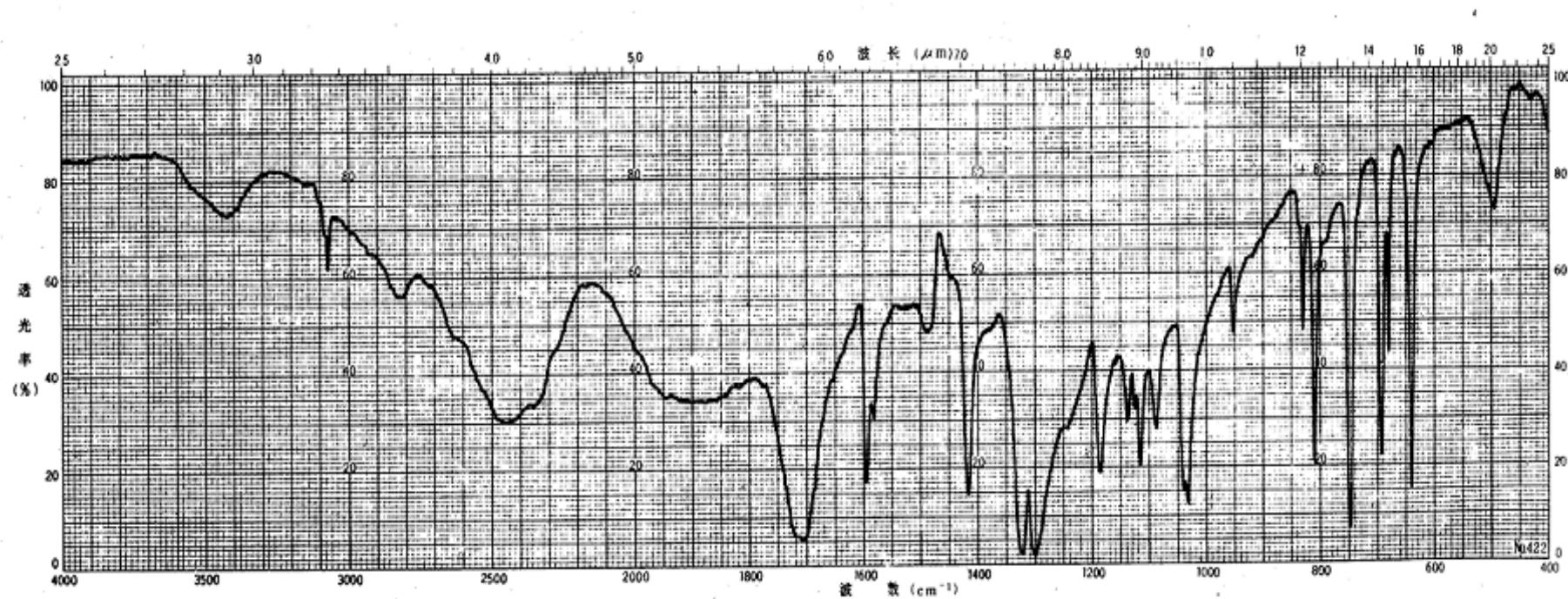
A. 10 重金属的测定

A. 10. 1 试剂和材料

A. 10. 1. 1 硝酸。

- A. 10. 1. 2 硫酸。
- A. 10. 1. 3 盐酸。
- A. 10. 1. 4 甘油。
- A. 10. 1. 5 乙酸铵。
- A. 10. 1. 6 硝酸铅。
- A. 10. 1. 7 硫代乙酰胺。
- A. 10. 1. 8 氨试液: 400→1000。
- A. 10. 1. 9 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$ 。
- A. 10. 1. 10 盐酸溶液: $c(\text{HCl}) = 2 \text{ mol/L}$ 。
- A. 10. 1. 11 盐酸溶液: $c(\text{HCl}) = 7 \text{ mol/L}$ 。
- A. 10. 1. 12 氨水溶液: $c(\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 5 \text{ mol/L}$ 。
- A. 10. 1. 13 酚酞指示液: 10g/L乙醇溶液。
- A. 10. 1. 14 乙酸盐缓冲液(pH3.5): 称取约25 g乙酸铵, 加水25 mL溶解后, 加7 mol/L盐酸溶液38 mL, 用2 mol/L盐酸溶液或氨水溶液准确调节pH值至3.5(电位法指示), 用水稀释至100 mL, 即得。
- A. 10. 1. 15 硫代乙酰胺试液: 称取约4.0g 硫代乙酰胺, 精确至0.01 g, 加水使溶解成100 mL, 置冰箱中保存。临用前取5.0 mL混合液[由1 mol/L 15 mL氢氧化钠溶液、5.0 mL水及20 mL甘油组成], 加上述1.0 mL硫代乙酰胺溶液, 置水浴上加热20s, 冷却, 立即使用。
- A. 10. 1. 16 铅标准溶液: 称取约0.160 g硝酸铅, 精确至0.0002g, 置于1000 mL容量瓶中, 加5 mL硝酸与50 mL水溶解后, 用水稀释至刻度, 摆匀, 作为贮备液。临用前, 移取10 mL±0.02 mL贮备液, 置于100 mL容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摆匀, 即得(每1mL相当于10 μg 的Pb)。配置与贮存用的玻璃仪器均不得含铅。
- ## A. 10. 2 分析步骤
- 按《中华人民共和国药典》2005年版二部 附录VIII H 重金属检查法第二法, 具体方法如下:
- 取A.7项下遗留的残渣, 加0.5 mL硝酸, 蒸干, 至氧化氮蒸气除尽后(或取1.0 g实验室样品, 缓缓灼烧至完全炭化, 冷却至室温, 加0.5 mL~1.0 mL硫酸, 使恰湿润, 用低温加热至硫酸除尽后, 加0.5 mL硝酸, 蒸干, 至氧化氮蒸气除尽后, 冷却至室温, 在500℃~600℃灼烧至完全灰化), 冷却至室温, 加2 mL盐酸, 置水浴上蒸干后加15 mL水, 滴加氨试液至对酚酞指示液显中性, 再加2 mL乙酸盐缓冲液(pH3.5), 微热溶解后, 移置纳氏比色甲管中, 加水稀释成25 mL; 另取配制实验室样品溶液的试剂, 置瓷皿中蒸干后, 加2 mL乙酸盐缓冲液(pH3.5)与15 mL水, 微热溶解后, 移置纳氏比色乙管中, 加标准铅溶液2 mL±0.01 mL, 再用水稀释成25 mL; 再在甲乙两管中分别加硫代乙酰胺试液各2 mL, 摆匀, 放置2min, 同置白纸上, 自上向下透视, 甲管中显示的颜色与乙管比较, 不得更深。

附录 B
(规范性附录)
烟酸红外光吸收图谱



光谱号 422

注：引自《药品红外光谱集》第一卷（1995）

图 B.1 烟酸红外光吸收图谱