

中华人民共和国国家标准

GB 6783—2013

食品安全国家标准
食品添加剂 明胶

2013-11-29 发布

2014-06-01 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 6783—1994《食品添加剂 明胶》。

本标准与 GB 6783—1994相比主要变化如下：

- 修改了标准名称；
- 删除了对明胶的分类，统一了明胶的指标要求；
- 删除了勃氏黏度、pH、等离子点、重金属的指标要求；
- 修改了透明度，更名为透射比，并修订了检测方法；
- 增加了过氧化物、铅的指标要求；
- 修改了砷、铬、二氧化硫的检测方法；
- 删除了对检验规则、标志、包装、运输的要求。

食品安全国家标准

食品添加剂 明胶

1 范围

本标准适用于以动物的骨、皮、筋、腱和鳞等为原料经适度水解所制得的食品添加剂明胶。

2 要求

2.1 原料要求

2.1.1 可以使用的原料:

- a) 屠宰场、肉联厂、罐头厂、菜市场等提供的经检疫合格的新鲜牛、猪、羊和鱼等动物的皮、骨、筋、腱和鳞等；
- b) 制革鞣制工艺前，剪切下的带毛边皮或剖下的内层皮；
- c) 骨粒加工厂加工的清洁骨粒和自然风干的骨料。

2.1.2 禁止使用的原料:

- a) 制革厂鞣制后的任何废料；
- b) 无检验检疫合格证明的牛、猪、羊或鱼等动物的皮、骨、筋、腱和鳞等；
- c) 经有害物处理过或使用苯等有机溶剂进行脱脂的动物的皮、骨、筋、腱和鳞等。

2.2 感官要求

感官要求应符合表1规定。

表1 感官要求

项目	要求	检验方法
色泽	淡黄色至黄色	取适量样品置于洁净透明的玻璃器皿中，在自然光线下，观察其色泽和状态
状态	固体状（如颗粒、片状、粉末等）	
气味	无不适气味	配制明胶溶液（2.5%），嗅其味

2.3 理化指标

理化要求应符合表2的规定。

表2 理化指标

项 目		指 标 要 求		检 验 方 法
水分, w/%		≤	14.0	GB 5009.3 直接干燥法 ^a
凝冻强度（6.67%）/(Bloom g)		≥	50	附录A中A.4
灰分, w/%		≤	2.0	GB 5009.4 ^b
透射比/%	波长/nm	450	≥	30
		620	≥	50
				附录A中A.5

表2 (续)

项 目	指 标 要 求	检 验 方 法
水不溶物, w/%	≤ 0.2	附录 A 中 A.6
二氧化硫/(mg/kg)	≤ 30	附录 A 中 A.7
过氧化物/(mg/kg)	≤ 10	附录 A 中 A.8
总砷(As)/(mg/kg)	≤ 1.0	GB/T 5009.11
铬(Cr)/(mg/kg)	≤ 2.0	GB/T 5009.123 原子吸收石墨炉法 ^c 或附录 A 中 A.9
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 1.5	GB 5009.12 石墨炉原子吸收光谱法

^a 称样量为 1.0 g, 精确至 0.001 g, 干燥温度为 105 °C ± 2 °C。

^b 称样量为 1 g ± 0.1 g, 精确至 0.001g。

^c 为仲裁法。

2.4 微生物指标

微生物指标应符合表3的规定。

表3 微生物指标

项 目	指 标 要 求	检 验 方 法
菌落总数/(CFU/g)	≤ 10000	GB 4789.2
沙门氏菌	不得检出	GB 4789.4
大肠菌群/(MPN/g)	≤ 3	GB 4789.3 MPN 计数法

附录 A

检验方法

A. 1 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。本试验所用溶液在未注明用何种溶剂配制时，均指水溶液。

A. 2 试样溶液的配制

称取一定量的试样，精确到0.1 g，放入干燥洁净的容器中，按所需质量浓度加入一定量的水，在室温下放置2 h，使其充分吸水膨胀，然后将容器置于65 °C ± 1 °C的水浴中，在20 min ± 5 min内缓慢搅拌溶解成为均匀的液体。

A. 3 鉴别试验

A. 3. 1 在冻力瓶中配制试样溶液（6.67 %）120 mL，冷却至约30 °C，加盖，在10 °C ± 0.1 °C低温槽内冷却16 h～18 h，样品应呈凝胶状，加热后可再次形成溶液。

A. 3. 2 取试样约0.5 g，加水50 mL，加热使溶解后，取溶液5 mL，加重铬酸钾试液（称取7.5g重铬酸钾，配制成100mL溶液）4份与稀盐酸(量取234mL浓盐酸稀释至1000mL)1份的混合液数滴，即生成橘黄色絮状沉淀。取上述鉴别试验中剩余的溶液1 mL，加水100 mL，摇匀后，加鞣酸试液数滴，即发生浑浊。

A. 4 凝冻强度的测定

A. 4. 1 原理

在规定的条件下，向直径为 12.7 mm 的圆柱内压入含 6.67 % 明胶溶液的胶冻表面以下 4 mm 时，所施加的力代表凝冻强度，以 Bloom g 为单位。

A. 4. 2 仪器和设备

A. 4. 2. 1 冻力仪：组织分析仪或冻力测试仪。

A. 4. 2. 2 圆柱：直径12.700 mm±0.013 mm。

A. 4. 2. 3 冻力瓶：容量150 mL，内径59 mm，高度85 mm。

A. 4. 2. 4 恒温槽：可控制温度为10 °C ± 0.1 °C。

A. 4. 2. 5 水浴锅：可控制水浴温度为65 °C ± 1 °C。

A. 4. 2. 6 锥形瓶：250 mL。

A. 4. 3 分析步骤

在冻力瓶中配制6.67 %试样溶液120 mL，加盖，在10 °C ± 0.1 °C低温槽内冷却16 h～18 h。将冻力瓶从恒温水槽中取出，迅速放在冻力仪圆台上。冻力仪“深度”选择4 mm，“速度”选择0.5 mm/s或1 mm/s，测定凝冻强度，样品测试需在2 min内完成。

A. 4. 4 结果计算

直接从冻力仪中读出测定的凝冻强度数值，单位以Bloom g表示。结果取整数，取平行测定结果的算术平均值为测定结果。重复性条件下获得的两次独立结果的绝对差值不得超过10 Bloom g。

A. 5 透射比的测定

A. 5. 1 原理

在45 °C下，用分光光度法来测定明胶溶液（6.67 %）在波长450 nm和620 nm下的透射比。

A. 5. 2 仪器和设备

A. 5. 2. 1 可见光分光光度计。

A. 5. 2. 2 天平：感量0.1 g。

A. 5. 3 分析步骤

A. 5. 3. 1 配制试样溶液（6.67 %），并恒温至48 °C。

A. 5. 3. 2 将分光光度计波长调节到450 nm。

A. 5. 3. 3 以水作基准校准仪器。

A. 5. 3. 4 将溶液倒入10 mm比色皿中，在45 °C下，测定试样溶液的透射比。

A. 5. 3. 5 将波长调节至620 nm，并重复A.5.3.3~A.5.3.4操作。

A. 5. 4 结果计算

直接用二个波长的透射百分比（%）来表示。结果保留整数位。取平行测定结果的算术平均值为测定结果。在重复性条件下获得的两次独立结果的绝对差值应不大于1 %。

A. 6 水不溶物的测定

A. 6. 1 原理

用玻璃坩埚过滤明胶溶液而得出不溶物的量。

A. 6. 2 仪器和设备

砂芯玻璃坩埚：G3。

A. 6. 3 分析步骤

A. 6. 3. 1 将玻璃坩埚在105 °C~110 °C烘干，烘至恒重。

A. 6. 3. 2 称取试样10 g±1 g，精确到0.1 g，倒入烧杯中，加500 mL水，室温下放置2 h，然后放入65 °C±1 °C的水浴中溶解，溶解时间最长不大于0.5 h。

A. 6. 3. 3 将试样溶液用抽滤法通过玻璃坩埚。

A. 6. 3. 4 用热水洗玻璃坩埚上残渣3次。

A. 6. 3. 5 将玻璃坩埚置于105 °C~110 °C干燥箱里烘干。

A. 6. 3. 6 从干燥箱中取出玻璃坩埚，置于干燥器中冷却至室温。

A. 6. 3. 7 取出玻璃坩埚称重。

A. 6. 3. 8 重复A.6.3.5~A.6.3.7操作，直至恒重。

A. 6.4 结果计算

试样中水不溶物的质量分数 w_1 (%)，按公式 (A.1) 计算。

$$w_1 = \frac{m_1 - m_0}{m_2} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A.1})$$

式中：

m_0 ——玻璃坩埚的质量，单位为克(g)；

m_1 ——玻璃坩埚与残渣的质量，单位为克(g)；

m_2 —试样的质量, 单位为克 (g)。

计算结果表示到小数点后两位。取平行测定结果的算术平均值为测定结果。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不超过 0.02 %。

A.7 二氧化硫的测定

A.7.1 原理

将明胶中的亚硫酸盐转变成硫酸，用碱滴定，通过所消耗的碱量计算出二氧化硫含量。

A. 7. 2 试剂和材料

A. 7. 2. 1 过氧化氢溶液：3%。

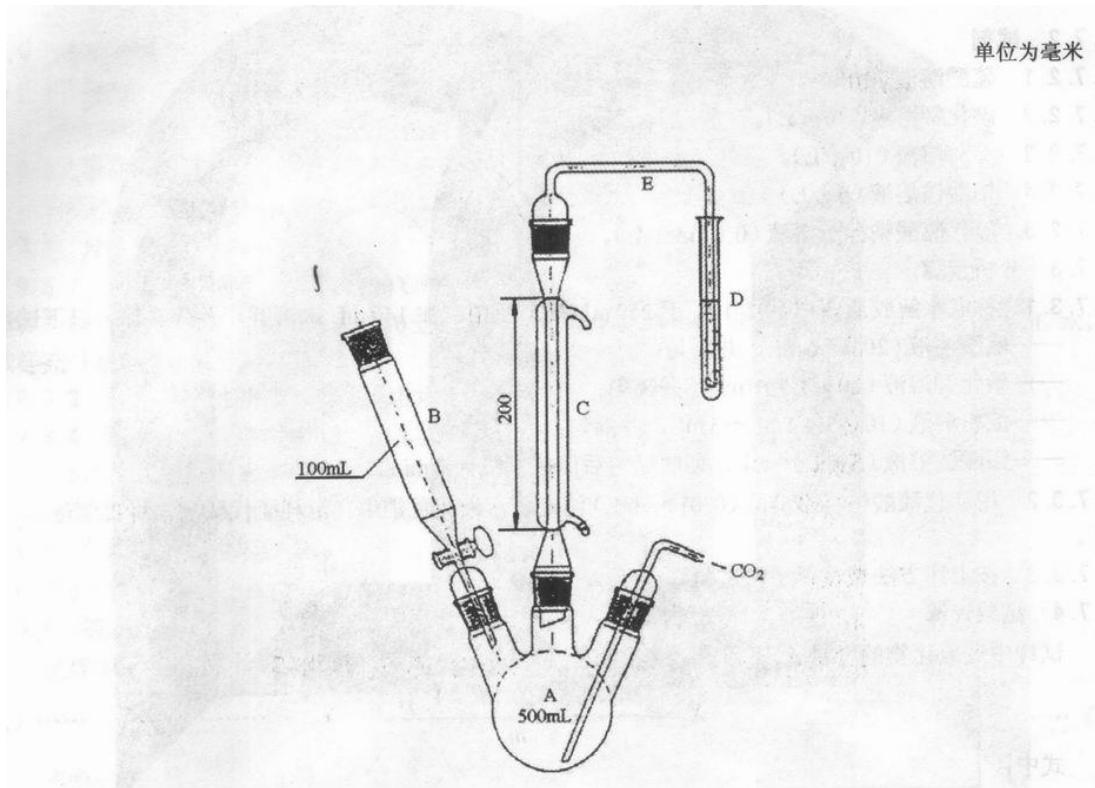
A. 7. 2. 2 溴酚蓝乙醇溶液: 1 g/L。将溴酚蓝溶于体积分数 20 % 的乙醇中。

A. 7. 2. 3 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) = 0.01 \text{ mol/L}$ 。

A. 7. 2. 4 盐酸溶液: 2 mol/L。

A. 7. 3 仪器和设备

二氧化硫测定装置见图 A.1。



A——圆底烧瓶；

B——分液漏斗；

C——冷凝管；

D——试管；

E——导管。

图A.1 二氧化硫测定装置

A.7.4 分析步骤

A.7.4.1 在烧瓶（A）中加入 150 mL 水，并在整个系统中通入二氧化碳气体（纯度不低于 99%），持续 15 min，流速为 100 mL/min。

A.7.4.2 在过氧化氢溶液 10 mL 中加入溴酚蓝-乙醇溶液 0.15 mL，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定直至出现蓝紫色，不能滴过，并将此溶液加入到试管中（D）。

A.7.4.3 在不影响二氧化碳气流的情况下取下分液漏斗（B），往烧瓶中加入试样 25.0 g 和水 100 mL。

A.7.4.4 通过分液漏斗，往烧瓶中加入盐酸溶液 80 mL，煮沸 1 h。

A.7.4.5 打开分液漏斗活塞，停止通入二氧化碳气体，并停止加热和冷凝水。

A.7.4.6 在试管中加入少量水，并将试管内溶液移至 200 mL 的广口锥形烧瓶中，然后将其在 60°C~70°C 水浴中加热 15 min，冷却。

A.7.4.7 加入溴酚蓝-乙醇溶液 0.1 mL，然后用氢氧化钠标准溶液滴定，直至颜色由黄色变为蓝紫色（消耗体积为 V_1 ）。

A.7.4.8 进行一次空白滴定（消耗体积为 V_0 ）。

A.7.5 结果计算

试样中二氧化硫的含量的质量分数 w_2 ，数值以 (mg/kg) 表示，按公式 (A.2) 计算。

式中：

64.060——二氧化硫 (SO_2) 的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) [$M(\text{SO}_2)=64.060$];

10^3 ——换算系数；

0.5——换算系数；

V_1 ——消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ——空白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 ——试样的质量, 单位为克 (g)。

计算结果取整数。取平行测定结果的算术平均值为测定结果。在重复性条件下获得的两次独立结果的绝对差值应不超过 1 mg/kg 。

A.8 过氧化物的测定

A. 8. 1 原理

采用碘量法，利用 I⁻的还原性测定氧化性物质。在被测的物质中，如果存在氧化性物质，加入过量的碘化钾，然后用硫代硫酸钠标准溶液滴定析出的碘。

A. 8. 2 试剂和材料

A. 8. 2. 1 硫酸溶液: 20 %。

A. 8. 2. 2 碘化钾溶液: 20 g/L。

A. 8. 2. 3 淀粉溶液: 10 g/L。

A. 8. 2. 4 铬酸铵溶液: 5 g/L。

A. 8. 2. 5 硫代硫酸钠标准滴定溶液: 0.01 mol/L。

A. 8. 3 分析步骤

A.8.3.1 称取试样 10 g 于 250 mL 锥形瓶中, 加 140 mL 水, 膨胀 2 h, 在 50 °C 的水浴中尽快地溶解, 轻轻地搅拌以免产生气泡, 迅速冷却至 30 °C, 并依次加入以下试剂:

- a) 硫酸溶液 6 mL, 并摇匀;
 - b) 碘化钾溶液 10 mL, 并摇匀;
 - c) 淀粉溶液 2 mL~3 mL, 并摇匀;
 - d) 铬酸铵溶液 1 mL, 彻底摇匀后置放在黑暗处 10 min。

A. 8. 3. 2 用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液蓝色消退，消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积为 V_1 。

A.8.3.3 按A.8.3.1、A.8.3.2做试样空白试验。

A. 8. 4 结果计算

试样中过氧化物的质量分数 w_3 , 数值以 (mg/kg) 表示, 按式 (A.3) 计算。

$$w_3 = \frac{34 \times 10^3 \times 0.5 \times (V_1 - V_0) \times c}{m} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A.3})$$

式中：

34—过氧化氢 (H_2O_2) 的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) [$M(H_2O_2)=34$];

10^3 ——换算系数；

0.5——换算系数；

V_I ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

m ——试样的质量，单位为克（g）。

计算结果取整数。取平行测定结果的算术平均值为测定结果。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不超过1 mg/kg。

A. 9 铬（Cr）的测定

A. 9.1 原理

采用二苯碳酰二肼（二苯氨基脲）比色法。二苯碳酰二肼（二苯氨基脲）与铬生成红色络合物，在540 nm处测定吸光度，吸光度值与铬的浓度符合朗勃-比尔定律。

A. 9.2 仪器和设备

A. 9.2.1 721型可见分光光度计或能达到同等要求的可见分光光度计。

A. 9.2.2 高温炉。

A. 9.3 试剂和材料

A. 9.3.1 高锰酸钾溶液（5 g/L）：称取0.5 g高锰酸钾，溶解并稀释至100 mL，贮存于棕色瓶中。

A. 9.3.2 尿素溶液（100 g/L）：称取10 g尿素，溶解并稀释至100 mL，贮存于棕色瓶中，置于暗冷处。

A. 9.3.3 亚硝酸钠溶液（100 g/L）：称取10 g亚硝酸钠，溶解并稀释至100 mL，贮存于棕色瓶中，置于暗处，或现用现配。

A. 9.3.4 二苯碳酰二肼丙酮溶液：称取0.125 g二苯碳酰二肼，溶于由25 mL丙酮和25 mL水配成的混合液中，现用现配，放置于暗处。

A. 9.3.5 焦磷酸钠溶液（5 g/L）：称取0.5 g焦磷酸钠，溶解并稀释至100 mL，贮存于试剂瓶中。

A. 9.3.6 铬标准储备液（0.02 mg/mL）：准确称取0.0566 g重铬酸钾（优级纯，在玛瑙研钵中研细，并在105 °C~110 °C干燥3 h~4 h后，置于干燥器中冷却），置于小烧杯中，用水溶解，移入100 mL容量瓶中，加水至刻度。

A. 9.3.7 硫酸溶液（1 mol/L）：量取28 mL硫酸，缓缓加入盛有一定量纯水的500 mL容量瓶中，再加水至刻度。

A. 9.4 分析步骤

A. 9.4.1 绘制标准工作曲线：移取铬标准溶液0.00 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、1.00 mL、1.60 mL、2.00 mL、2.60 mL，相当于含铬0.0 μg、4.0 μg、8.0 μg、12.0 μg、20.0 μg、32.0 μg、40.0 μg、52.0 μg，分别置于烧杯中。各加入硫酸溶液10 mL及水10 mL，加热煮沸，滴加高锰酸钾溶液至溶液不褪色，冷却，定量转移至50 mL容量瓶中，加入尿素溶液10 mL，剧烈振摇下滴加亚硝酸钠溶液至溶液褪色。加入焦磷酸钠溶液2.0 mL、二苯碳酰二肼0.5 mL。用水定容，摇匀，放置30 min后，于波长540 nm处测定吸光度值，绘制出 $c_{\text{cr}}-D_{540}$ 标准工作曲线。

A. 9.4.2 样品预处理及测定：准确称取明胶1.000 g于坩埚中，缓慢升温，使之炭化，放冷。加浓硝酸数滴，慢慢加热，气体停止逸出时，移入高温炉中，于600 °C下灼烧至所有黑色颗粒消失（2 h），

取出待冷却后加硫酸溶液 10 mL 和水 20 mL 使残渣溶解，在水浴上加热 5 min。滴加高锰酸钾溶液煮沸，溶液紫红色消失时再滴加高锰酸钾溶液煮沸，如此反复直至紫红色不褪为止，放冷、加尿素溶液 10 mL，剧烈振摇下滴加亚硝酸钠溶液，直至过量的高锰酸钾完全消除，溶液呈无色。如二氧化锰明显存在则过滤。定量转移至 50 mL 容量瓶中，加入焦磷酸钠溶液 2 mL、二苯碳酰二肼溶液 0.5 mL，用水定容，摇匀。放置 30 min。

A.9.4.3 取 A.9.4.2 中所得样品溶液，在 540 nm 波长处测定出吸光度值，即可由 $c_{\text{Cr}}-D_{540}$ 标准工作曲线计算得到试样的铬含量。

A.9.5 结果计算

由 $c_{\text{Cr}}-D_{540}$ 标准工作曲线计算得到铬含量，单位为毫克每千克 (mg/kg)。结果表示到小数点后一位。取平行测定结果的算术平均值为测定结果。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不超过 0.2 mg/kg。
