

中华人民共和国国家标准

GB 1886.315—2021

食品安全国家标准

食品添加剂 胭脂虫红及其铝色淀

2021-02-22 发布

2021-08-22 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国家市场监督管理总局 发布

食品安全国家标准

食品添加剂 胭脂虫红及其铝色淀

1 范围

本标准适用于以胭脂虫(*Dactylopius coccus* Costa)雌成虫干体为原料,经水、甲醇和(或)乙醇溶液萃取,再浓缩制得的食品添加剂胭脂虫红,及其进一步与铝盐螯合精制得到的食品添加剂胭脂虫红铝色淀。

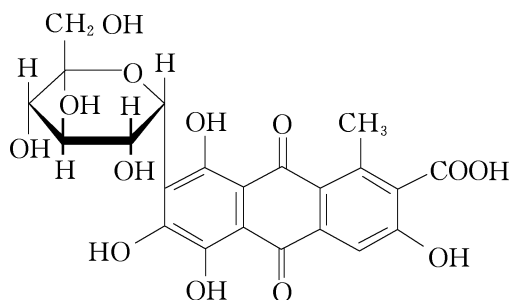
2 标志性成分的分子式、结构式、相对分子质量

2.1 分子式

胭脂红酸: $C_{22}H_{20}O_{13}$

2.2 结构式

胭脂红酸:



2.3 相对分子质量

胭脂红酸:492.39(按 2018 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
	胭脂虫红	胭脂虫红铝色淀	
色泽	红色至深红(紫)色	红色至深红(紫)色	将适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘或烧杯中,在自然光线下观察色泽和状态
状态	液体或粉末状固体	易碎块状或粉末状固体	

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	
	胭脂虫红	胭脂虫红铝色淀		
胭脂红酸含量, $w/\%$	\geq	2.0	50(以干基计)	附录 A 中 A.3
总灰分, $w/\%$	\leq	12		GB 5009.4—2016 第一法
干燥减量 ^a , $w/\%$	\leq	20		附录 A 中 A.4
蛋白质, $w/\%$	\leq	2.2	25	GB 5009.5—2010 第一法
稀氨水不溶物, $w/\%$	\leq	—	1	附录 A 中 A.5
甲醇/(mg/kg)	\leq	150	—	附录 A 中 A.6
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq	2.0		GB 5009.75 或 5009.12
^a 干燥减量仅针对固体产品。				
商品化的胭脂虫红产品应以符合本标准的胭脂虫红或胭脂虫红铝色淀为原料,可适当加入水、植物油、麦芽糊精、糖浆等食品辅料和/或符合食品添加剂质量规格要求的酸度调节剂、乳化剂、抗氧化剂等,呈液体或粉末状态,胭脂红酸含量符合声称。可存在铵、钙、钾、钠的一种或多种盐离子。				

3.3 微生物指标

微生物指标应符合表 3 的规定。

表 3 微生物限量

项 目	指 标		检 验 方 法
	胭脂虫红	胭脂虫红铝色淀	
沙门氏菌/25 g	不得检出		GB 4789.4

附录 A

检验方法

A.1 一般规定

本标准所用试剂和水在未注明其他要求时,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、制剂和制品在未注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、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 试剂和材料

A.2.1.1 氢氧化钠(或氢氧化钾)溶液:100 g/L。

A.2.1.2 连二亚硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$)。

A.2.1.3 硫酸。

A.2.1.4 盐酸溶液:1+4。

A.2.1.5 戊醇。

A.2.1.6 石油醚。

A.2.1.7 5%醋酸双氧铀溶液。

A.2.1.8 活性炭:碘吸附值 ≥ 400 mg/g。

A.2.2 分析步骤

A.2.2.1 溶解性

胭脂虫红易溶于水。胭脂虫红铝色淀中主要阳离子成分为铵离子的(胭脂虫红铝铵)易溶于 pH 3.0 和 pH 8.5 的水,主要阳离子成分为钙离子的(胭脂虫红铝钙)难溶于 pH 3.0 的水,易溶于 pH 8.5 的水。

A.2.2.2 呈色反应

A.2.2.2.1 在试样溶液中滴加 1 滴氢氧化钠(或氢氧化钾)溶液,应呈紫色。

A.2.2.2.2 在上述试样溶液中加入少许连二亚硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$),应不褪色。

A.2.2.2.3 在器皿中干燥少量试样,充分冷却后加入 1 滴~2 滴冷的硫酸,应不变色。

A.2.2.2.4 在试样溶液中,加入 1/3 体积的盐酸溶液酸化,加戊醇后振摇,用等体积的水洗戊醇液 2 次~4 次,弃去水相以除去盐酸。用 1 倍~2 倍体积的石油醚(沸点 40 °C~60 °C)稀释戊醇液,加少量水振摇以除去色素。逐滴加入 5%醋酸双氧铀溶液,每次滴加后振摇,应呈宝石绿色。

A.2.2.3 铝盐反应

称取约 0.1 g 样品,加 10 mL 盐酸溶液,在水浴中加热,使其大部分溶解。加 0.5 g 活性炭,充分摇匀,冷却后过滤。取无色滤液,逐步滴加氢氧化钠溶液,胭脂虫红铝色淀滤液呈现铝盐反应(先产生乳白色悬浮物,然后缓慢消失);胭脂虫红滤液不呈现铝盐反应。

A.3 胭脂红酸含量的测定

A.3.1 方法提要

采用分光光度计法测定试样中胭脂红酸在最大吸收波长 494 nm 的吸光度,从而计算得到胭脂红酸含量。

A.3.2 试剂和材料

盐酸溶液:1+5。

A.3.3 仪器和设备

A.3.3.1 分析天平:精度 0.1 mg。

A.3.3.2 紫外可见光分光光度计。

A.3.4 分析步骤

准确称取胭脂虫红试样 1 g,精确至 0.001 g,或胭脂虫红铝色淀 0.1 g,精确至 0.000 1 g,溶于 30 mL 盐酸溶液后煮沸,冷却至室温后转移到 1 000 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,摇匀。在分光光度计上,使用 1 cm 的比色皿,用水做空白试验,在最大吸收波长 494 nm 处测其吸光度,被测溶液的吸光度值应在 0.650~0.750 之间,否则需另调整称样量制备试样溶液。

A.3.5 结果计算

胭脂红酸的质量分数 w_1 按式(A.1)计算。

$$w_1 = \frac{A \times 10}{m_1 \times 139} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

A ——试样溶液的吸光度值;

10 ——换算系数;

m_1 ——试样的质量,单位为克(g);

139 ——1%胭脂红酸溶液的理论消光值。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准,保留三位有效数字。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 1.0%。

A.4 干燥减量

采用 GB 5009.3—2016 第一法直接干燥法,干燥温度和时间分别为 135 °C ± 2 °C 和 3 h。

A.5 稀氨水不溶物的测定

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 氨水溶液:量取 160 mL 氨水,用水稀释定容至 500 mL。

A.5.1.2 0.1%稀氨水:量取 4 mL 氨水,用水稀释定容至 1 000 mL。

A.5.2 仪器和设备

A.5.2.1 玻璃砂芯坩埚(G_3):孔径为 $16\ \mu\text{m}\sim 30\ \mu\text{m}$ 。

A.5.2.2 恒温干燥箱。

A.5.3 分析步骤

称取经 $135\ \text{℃}\pm 2\ \text{℃}$ 烘至恒重(称重前后两次质量差不超过 $2\ \text{mg}$)的试样 $0.25\ \text{g}$,精确至 $0.001\ \text{g}$,溶于 $2.5\ \text{mL}$ 氨水溶液中,再用水稀释至 $100\ \text{mL}$,溶液应透明澄清。用已在 $135\ \text{℃}\pm 2\ \text{℃}$ 烘至恒重(称重前后 2 次质量差不超过 $2\ \text{mg}$)的玻璃砂芯坩埚(G_3)过滤,再用 0.1% 稀氨水淋洗至洗液无色,最后在 $105\ \text{℃}$ 下干燥至恒重(称重前后 2 次质量差不超过 $2\ \text{mg}$)。

A.5.4 结果计算

稀氨水不溶物的质量分数 w_2 按式(A.2)计算。

$$w_2 = \frac{m_2 - m_3}{m_4} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

m_2 ——干燥后稀氨水不溶物和玻璃砂芯坩埚的质量,单位为克(g);

m_3 ——玻璃砂芯坩埚的质量,单位为克(g);

m_4 ——试样的质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准,保留两位有效数字。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 0.2% 。

A.6 甲醇的测定

A.6.1 试剂和材料

A.6.1.1 待测组分对照品:甲醇。

A.6.1.2 空白样:几乎不含溶剂的试样。

A.6.1.3 内标物:3-甲基-2-戊酮。

A.6.1.4 水:GB/T 6682 规定的一级水。

A.6.2 仪器和设备

气相色谱仪:带氢火焰离子检测器(FID)和顶空进样器。

A.6.3 参考色谱条件

A.6.3.1 色谱柱:熔融石英,柱长 $30\ \text{m}$,内径 $0.53\ \text{mm}$,涂层为 100% 二甲基聚硅氧烷,涂膜厚度 $5\ \mu\text{m}$ 。或同等性能的色谱柱。

A.6.3.2 载气:氦气。

A.6.3.3 流速: $208\ \text{kPa}$, $5\ \text{mL}/\text{min}$ 。

A.6.3.4 柱温: $35\ \text{℃}$ 下 $5\ \text{min}$,然后以 $5\ \text{℃}/\text{min}$ 速度升温至 $90\ \text{℃}$,保持 $6\ \text{min}$ 。

A.6.3.5 进样口温度: $140\ \text{℃}$ 。

A.6.3.6 检测器温度: $300\ \text{℃}$ 。

A.6.4 参考顶空条件

- A.6.4.1 样品加热温度:60 ℃。
 A.6.4.2 样品加热时间:10 min。
 A.6.4.3 注射器温度:70 ℃。
 A.6.4.4 传输温度:80 ℃。
 A.6.4.5 试样气体进样:分列模式,1.0 mL。

A.6.5 分析步骤

A.6.5.1 内标溶液的制备

移取 50 mL 水至 50 mL 进样瓶中,密封,准确称量,精确至 0.000 1 g。移取 15 μL 三甲基二戊酮,通过隔膜注入进样瓶中,混匀,再次称量,精确至 0.000 1 g。

A.6.5.2 空白溶液的制备

准确称取 0.20 g 空白样,精确至 0.000 1 g,加入进样瓶,再加入 5.0 mL 水和 1.0 mL 内标溶液,密封,在 60 ℃下加热 10 min 后剧烈摇动 10 s。

A.6.5.3 标准溶液的制备

准确称取 0.20 g 空白样,置于进样瓶中,加入 5.0 mL 水和 1.0 mL 内标溶液。密封,准确称量,精确至 0.000 1 g。通过隔膜注入适量待测标准品(对每个溶剂分别分析),再次准确称重(精确至 0.000 1 g)。在 60 ℃下加热 10 min,剧烈摇动 10 s。

A.6.5.4 试样溶液的制备

准确称取 0.20 g 试样,精确至 0.000 1 g,加入进样瓶,再加入 5.0 mL 水和 1.0 mL 内标溶液,密封,在 60 ℃下加热 10 min 后剧烈摇动 10 s。

A.6.5.5 测定

在 A.5.3 和 A.5.4 参考操作条件下,分别对试样溶液、空白溶液和标准溶液进行色谱分析。

A.6.6 结果计算

A.6.6.1 校准因子 f_i

校准因子 f_i 按式(A.3)计算。

$$f_i = \frac{m_5 \times 50}{m_6 \times (B - C)} \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

- m_5 ——标准溶液中待测组分对照品的质量,单位为毫克(mg);
 50——质量换算系数;
 m_6 ——内标溶液中内标物的质量,单位为毫克(mg);
 B——标准溶液色谱图中待测组分峰面积与内标物峰面积的比值;
 C——空白溶液色谱图中待测组分峰面积与内标物峰面积的比值。

A.6.6.2 待测组分含量

待测组分含量 w_i ,单位为毫克每千克(mg/kg),按式(A.4)计算。

$$w_i = \frac{D \times m_6 \times f_i \times 1\,000}{m_7 \times 50} \dots\dots\dots (A.4)$$

式中：

D ——试样溶液色谱图中待测组分峰面积与内标物峰面积的比值；

m_6 ——内标溶液中内标物的质量，单位为毫克(mg)；

f_i ——校准因子；

1 000 ——质量换算系数；

m_7 ——试样的质量，单位为克(g)；

50 ——体积换算系数。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准，保留四位有效数字。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 2.0%。