

中华人民共和国国家标准

GB 4481.2—2010

食品安全国家标准
食品添加剂 柠檬黄铝色淀

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 GB 4481.2—1999《食品添加剂 柠檬黄铝色淀》。

本标准与 GB 4481.2—1999 相比，主要技术变化如下：

- 增加了安全提示；
- 修改了鉴别试验的方法；
- 分光光度比色法平行测定的允许差由 2%修改为 1.0%；
- 取消了氯化物（以 NaCl 计）及硫酸盐（以 Na₂SO₄ 计）指标；
- 砷（As）的检测方法由化学限量法修改为原子吸收法；
- 取消了重金属（以铅计）质量规格；
- 增加了铅（Pb）指标和检测方法；
- 钡（Ba）的检测方法修改为硫酸钡沉淀限量比色法。

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：

- GB 4481.2—1999。

食品安全国家标准

食品添加剂 柠檬黄铝色淀

1 范围

本标准适用于由食品添加剂柠檬黄和氢氧化铝作用生成的食品添加剂柠檬黄铝色淀。

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 分子式和相对分子质量

3.1 分子式



3.2 相对分子质量

534.36（按2007年国际相对原子质量）

4 技术要求

4.1 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	黄色	自然光线下采用目视评定。
组织状态	粉末	

4.2 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
柠檬黄（以钠盐计），w/%	≥ 10.0	附录 A 中 A.4
干燥减量，w/%	≤ 30.0	附录 A 中 A.5
盐酸和氨水中不溶物，w/%	≤ 0.5	附录 A 中 A.6
副染料，w/%	≤ 0.5	附录 A 中 A.7
砷（As）/（mg/kg）	≤ 3.0	附录 A 中 A.8
铅（Pb）/（mg/kg）	≤ 10.0	附录 A 中 A.9
钡（Ba），w/%	≤ 0.05	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

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682—2008规定的三级水。试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品在没有注明其他规定时，均按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603规定配制和标定。

A.3 鉴别试验

A.3.1 试剂和材料

- A.3.1.1 硫酸。
- A.3.1.2 硫酸溶液：1+20。
- A.3.1.3 盐酸溶液：1+3。
- A.3.1.4 氢氧化钠溶液：100g/L。
- A.3.1.5 乙酸铵溶液：1.5g/L。
- A.3.1.6 活性炭。

A.3.2 仪器和设备

- A.3.2.1 分光光度计。
- A.3.2.2 比色皿：10mm。

A.3.3 鉴别方法

应满足如下条件：

- A.3.3.1 称取试样约0.1g，加5mL硫酸，在50℃~60℃水浴中不时地摇动，加热约5min时，溶液呈黄色。冷却后，取上层澄清液2滴~3滴，加5mL水，溶液呈黄色。
- A.3.3.2 称取试样约0.1g，加5mL硫酸溶液，在水浴中加热溶解，充分搅匀后，加乙酸铵溶液配至100mL，溶液不澄清时进行离心分离。然后取此液1mL~10mL，加乙酸铵溶液配至100mL，使测定的吸光度值在0.2~0.7范围内，此溶液的最大吸收波长为428 nm±2nm。
- A.3.3.3 称取试样约0.1g，加入10mL盐酸溶液，在水浴中加热，使其大部分溶解。加0.5g活性炭，充分摇匀，冷却后过滤。取无色滤液，加氢氧化钠溶液中和后，呈现铝盐反应。

A.4 柠檬黄铝色淀的测定

A.4.1 三氯化钛滴定法(仲裁法)

A.4.1.1 方法提要

在酸性介质中，柠檬黄铝色淀溶解转成色素，其偶氮基被三氯化钛还原分解，按三氯化钛标准滴定溶液的消耗量，计算其含量。

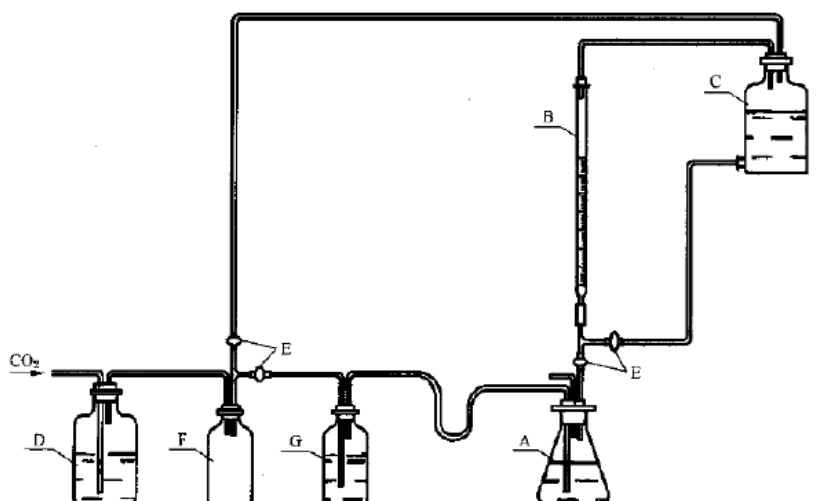
A.4.1.2 试剂和材料

A.4.1.2.1 酒石酸氢钠。

A.4.1.2.2 三氯化钛标准滴定溶液： $c(\text{TiCl}_3)=0.1\text{mol/L}$ (现用现配，配制方法见附录B)。

A.4.1.2.3 钢瓶装二氧化碳。

A.4.1.3 仪器和设备



A——锥形瓶(500mL);

B——棕色滴定管(50mL);

C——包黑纸的下口玻璃瓶(2000mL);

D——装有 100g/L 碳酸铵溶液和 100g/L 硫酸亚铁溶液等量混合液的容器(5000mL);

E——活塞;

F——空瓶;

G——装有水的洗气瓶。

图 A.1 三氯化钛滴定法的装置图

A.4.1.4 分析步骤

称取约 1.0g 试样(精确至 0.0001g),置于 500mL 锥形瓶中,加入 30g 酒石酸氢钠和 200mL 沸水,剧烈振荡溶解后,按图 A.1 装好仪器,在液面下通入二氧化碳的同时,用三氯化钛标准滴定溶液滴定使其固有颜色消失为终点。

A.4.1.5 结果计算

柠檬黄铝色淀(以钠盐计)以质量分数 w_1 计,数值用%表示,按公式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{c(V/1000)(M/4)}{m_1} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

c —— 三氯化钛标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V —— 滴定试样耗用的三氯化钛标准滴定溶液体积的准确数值,单位为毫升(mL);

M —— 柠檬黄铝色淀的摩尔质量数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{C}_{16}\text{H}_9\text{N}_4\text{Na}_3\text{O}_9\text{S}_2)=534.36$];

m_1 ——试样的质量数值，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后1位。

平行测定结果的绝对差值不大于1.0%（质量分数），取其算术平均值作为测定结果。

A.4.2 分光光度比色法

A.4.2.1 方法提要

将试样与已知含量的柠檬黄标准品在分别在水介质或水中溶解，用乙酸铵溶液稀释定容后，在最大吸收波长处，分别测其吸光度值，计算其含量。

A.4.2.2 试剂和材料

A.4.2.2.1 酒石酸氢钠。

A.4.2.2.2 乙酸铵溶液：1.5g/L。

A.4.2.2.3 柠檬黄标准品：≥87.0%（质量分数、按A.4.1测定）。

A.4.2.3 仪器和设备

A.4.2.3.1 分光光度计。

A.4.2.3.2 比色皿：10mm。

A.4.2.4 柠檬黄标样溶液的配制

称取约0.25g柠檬黄标准品（精确到0.0001g），溶于适量水中，移入1000mL容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。吸取10mL，移入500mL容量瓶中，加乙酸铵溶液稀释至刻度，摇匀，备用。

A.4.2.5 柠檬黄铝色淀试样溶液的配制

称取约0.5g试样（精确至0.0001g），加入20mL水和2g酒石酸氢钠，加热至80℃~90℃，溶解后移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。吸取10mL移入500mL容量瓶中，再用水稀释至刻度，摇匀。

A.4.2.6 分析步骤

将柠檬黄标样溶液和柠檬黄铝色淀试样溶液分别置于10mm比色皿中，同在最大吸收波长处用分光光度计测定各自的吸光度值，用乙酸铵溶液作参比液。

A.4.2.7 结果计算

柠檬黄铝色淀以质量分数 w_1 计，数值用%表示，按公式(A.2)计算：

$$w_1 = \frac{Am_0}{A_0m} \times w_0 \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

A ——柠檬黄铝色淀试样溶液的吸光度值；

m_0 ——柠檬黄标准品质量的数值，单位为克（g）；

w_0 ——柠檬黄标准品的质量分数%；

A_0 ——柠檬黄标样溶液的吸光度值；

m ——试样质量的数值，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后1位。

平行测定结果的绝对差值不大于1.0%（质量分数），取其算术平均值作为测定结果。

A.5 干燥减量的测定

A.5.1 分析步骤

称取约2g试样（精确至0.001g），置于已在135℃±2℃恒温干燥箱中恒量的称量瓶中，在135℃±2℃恒温干燥箱中烘至恒量。

A.5.2 结果计算

干燥减量的质量分数以 w_2 计，数值用%表示，按公式(A.3)计算：

$$w_2 = \frac{m_2 - m_3}{m_2} \times 100\% \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

m_2 ——试样干燥前质量的数值，单位为克（g）；

m_3 ——试样干燥至恒量的质量数值，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后1位。

平行测定结果的绝对差值不大于0.2%（质量分数），取其算术平均值作为测定结果。

A.6 盐酸和氨水中不溶物的测定

A.6.1 试剂和材料

A.6.1.1 盐酸。

A.6.1.2 盐酸溶液：3+7。

A.6.1.3 氨水溶液：4+96。

A.6.1.4 硝酸银溶液： $c(\text{AgNO}_3) = 0.1\text{mol/L}$ 。

A.6.2 仪器和设备

A.6.2.1 玻璃砂芯坩埚：G4，孔径为5μm~15μm。

A.6.2.2 恒温干燥箱。

A.6.3 分析步骤

称取约2g试样（精确至0.001g），置于600mL烧杯中，加20mL水和20mL盐酸，充分搅拌后加入300mL热水，搅匀，盖上表面皿，在70℃~80℃水浴中加热30min，冷却，用已在135℃±2℃烘至恒量的G4玻璃砂芯坩埚过滤，用约30mL水将烧杯中的不溶物冲洗到G4玻璃砂芯坩埚中，至洗液无色后，先用100mL氨水溶液洗涤，后用10mL盐酸溶液洗涤，再用水洗涤至洗涤液用硝酸银溶液检验无白色沉淀，然后在135℃±2℃恒温干燥箱中烘至恒量。

A.6.4 结果计算

盐酸和氨水中不溶物以质量分数 w_6 计，数值用%表示，按公式(A.4)计算：

$$w_6 = \frac{m_5}{m_4} \times 100\% \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

m_5 ——干燥后不溶物质量的数值,单位为克(g);

m_4 ——试样质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

平行测定结果的绝对差值不大于0.10% (质量分数), 取其算术平均值作为测定结果。

A.7 副染料的测定

A.7.1 方法提要

用纸上层析法将各组分分离, 洗脱, 然后用分光光度法定量。

A.7.2 试剂和材料

A.7.2.1 无水乙醇。

A.7.2.2 正丁醇。

A.7.2.3 酒石酸氢钠。

A.7.2.4 丙酮溶液: 1+1。

A.7.2.5 氨水溶液: 4+96。

A.7.2.6 碳酸氢钠溶液: 4g/L。

A.7.3 仪器和设备

A.7.3.1 分光光度计。

A.7.3.2 层析滤纸: 1号中速, 150mm×250mm。

A.7.3.3 层析缸: ϕ 240mm×300mm。

A.7.3.4 微量进样器: 100 μ L。

A.7.3.5 纳氏比色管: 50mL有玻璃磨口塞。

A.7.3.6 玻璃砂芯漏斗: G3, 孔径为15 μ m~40 μ m。

A.7.3.7 50mm比色皿。

A.7.3.8 10mm比色皿。

A.7.4 分析步骤

A.7.4.1 纸上层析条件

A.7.4.1.1 展开剂: 正丁醇+无水乙醇+氨水溶液=6+2+3。

A.7.4.1.2 温度: 20 $^{\circ}$ C~25 $^{\circ}$ C。

A.7.4.2 试样溶液的配制

称取约2g试样(精确至0.001g)。置于烧杯中, 加入适量水和5g酒石酸氢钠, 加热溶解后, 移入100mL容量瓶中, 稀释至刻度, 摇匀备用, 该试样溶液浓度为2%。

A.7.4.3 试样洗出液的制备

用微量进样器吸取100 μ L试样溶液, 均匀地注在离滤纸底边25mm的一条基线上, 成一直线,

使其在滤纸上的宽度不超过 5mm，长度为 130mm，用吹风机吹干。将滤纸放入装有预先配制好展开剂的层析缸中展开，滤纸底边浸入展开剂液面下 10mm，待展开剂前沿线上升至 150mm 或直到副染料分离满意为止。取出层析滤纸，用冷风吹干。

用空白滤纸在相同条件下展开，该空白滤纸必须与上述步骤展开用的滤纸在同一张滤纸上相邻部位裁取。

副染料纸上层析示意图见图 A.2。

将展开后取得的各个副染料和在空白滤纸上与各副染料相对应的部位的滤纸按同样大小剪下，并剪成约 5mm×15mm 的细条，分别置于 50mL 的纳氏比色管中，准确加入丙酮溶液 5mL，摇动 3min～5min 后，再准确加入 20mL 碳酸氢钠溶液，充分摇动，然后分别在 G3 玻璃砂芯漏斗中自然过滤，滤液应澄清，无悬浮物。分别得到各副染料和空白的洗出液。在各自副染料的最大吸收波长处，用 50mm 比色皿，将各副染料的洗出液在分光光度计上测定各自的吸光度值。

在分光光度计上测定吸光度值时，以 5mL 丙酮溶液和 20mL 碳酸氢钠溶液的混合液作参比液。

A.7.4.4 标准溶液的配制

吸取 6mL 2% 的试样溶液移入 100mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀，该溶液为标准溶液。

A.7.4.5 标准洗出液的制备

用微量进样器吸取 100 μ L 标准溶液，均匀地点注在离滤纸底边 25mm 的一条基线上，用吹风机吹干。将滤纸放入装有预先配制好展开剂的层析缸中展开，待展开剂前沿线上升 40mm，取出用冷风吹干，剪下所有展开的染料部分，按 A.7.4.3 方法进行萃取操作，得到标准洗出液。用 10mm 比色皿在最大吸收波长处测吸光度值。

同时用空白滤纸在相同条件下展开，按相同方法操作后测洗出液的吸光度值。

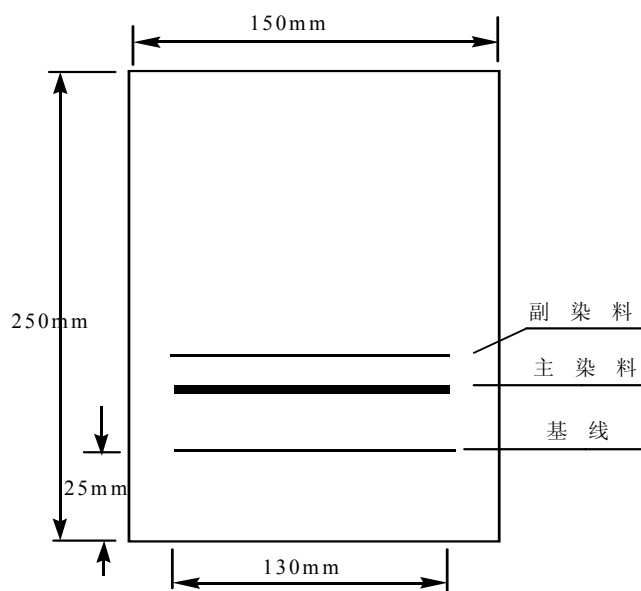


图 A.2 副染料纸上层析示意图

A.7.4.6 结果计算

副染料以质量分数 w_7 计，数值用 % 表示，按公式(A.5)计算：

$$w_7 = \frac{[(A_1 - b_1) + \dots + (A_n - b_n)]/5}{(A_s - b_s)(100/6)} \times S \dots\dots\dots (A.5)$$

式中:

A_1, \dots, A_n —— 各副染料洗出液以 50mm 光径长度测定出的吸光度值;

b_1, \dots, b_n —— 各副染料对照空白洗出液以 50mm 光径长度测定出的吸光度值;

A_s —— 标准洗出液以 10mm 光径长度测定出的吸光度值;

b_s —— 标准对照空白洗出液以 10mm 光径长度测定出的吸光度值;

5 —— 折算成以 10mm 光径长度的比数;

100/6 —— 标准洗出液折算成 2% 试样溶液的比数;

S —— 试样的质量分数%。

计算结果表示到小数点后 1 位。

平行测定结果的绝对差值不大于 0.2% (质量分数), 取其算术平均值作为测定结果。

A.8 砷的测定

A.8.1 方法提要

柠檬黄铝色淀经湿法消解后, 制备成试样溶液, 用原子吸收光谱法测定砷的含量。

A.8.2 试剂和材料

A.8.2.1 硝酸。

A.8.2.2 硫酸溶液: 1+1。

A.8.2.3 硝酸-高氯酸混合溶液: 3+1。

A.8.2.4 砷(As)标准溶液: 按GB/T 602配制和标定后, 再根据使用的仪器要求进行稀释配制成含砷相应浓度的三种标准溶液。

A.8.2.5 氢氧化钠溶液: 1g/L。

A.8.2.6 硼氢化钠溶液: 8g/L(溶剂为1g/L的氢氧化钠溶液)。

A.8.2.7 盐酸溶液: 1+10。

A.8.2.8 碘化钾溶液: 200g/L。

A.8.3 仪器和设备

A.8.3.1 原子吸收光谱仪。

A.8.3.2 仪器参考条件: 砷空心阴极灯分析线波长: 193.7nm; 狭缝: 0.5nm~1.0nm; 灯电流: 6 mA~10mA。

A.8.3.3 载气流速: 氩气 250mL/min。

A.8.3.4 原子化器温度: 900℃。

A.8.4 分析步骤

A.8.4.1 试样消解

称取约 1g 试样(精确至 0.001g),置于 250mL 三角或圆底烧瓶中,加 10mL~15mL 硝酸和 2mL 硫酸溶液,摇匀后小火加热赶出二氧化氮气体,溶液变成棕色,停止加热,放冷后加入 5mL 硝酸-高氯酸混合液,强火加热至溶液透明或微黄色,如仍不透明,放冷后再补加 5mL 硝酸-高氯酸混合液,继续加热至溶液透明无色或微黄色并产生白烟(避免烧干出现炭化现象),停止加热,放冷后加水 5mL 加热至沸,除去残余的硝酸-高氯酸(必要时可再加水煮沸一次),继续加热至发生白烟,保持 10min,放冷后移入 100mL 容量瓶(若溶液出现浑浊、沉淀或机械杂质须过滤),用盐酸溶液稀释定容。

同时按相同的方法制备空白溶液。

A.8.4.2 测定

量取25mL消解后的试样溶液至50mL容量瓶,加入5mL碘化钾溶液,用盐酸溶液稀释定容,摇匀,静置15min。

同时按相同的方法以空白溶液制备空白测试液。

开启仪器,待仪器及砷空心阴极灯充分预热,基线稳定后,用硼氢化钠溶液作氢化物还原发生剂,以标准空白、标准溶液、样品空白测试液及样品溶液的顺序,按电脑指令分别进样。测试结束后电脑自动生成工作曲线及扣除样品空白后的样品溶液中砷浓度,输入样品信息(名称、称样量、稀释体积等),即自动换算出试样中砷的含量。

平行测定结果的绝对差值不大于 0.1mg/kg,取其算术平均值作为测定结果。

A.9 铅的测定

A.9.1 方法提要

柠檬黄铝色淀经湿法消解后,制备成试样溶液,用原子吸收光谱法测定铅的含量。

A.9.2 试剂和材料

A.9.2.1 铅(Pb)标准溶液:按GB/T 602配制和标定后,再根据使用的仪器要求进行稀释配制含铅相应浓度的三种标准溶液。

A.9.2.2 氢氧化钠溶液: 1g/L。

A.9.2.3 硼氢化钠溶液: 8g/L(溶剂为1g/L的氢氧化钠溶液)。

A.9.2.4 盐酸溶液: 1+10。

A.9.3 仪器和设备

A.9.3.1 原子吸收光谱仪。

A.9.3.2 仪器参考条件: GB 5009.12-2010 第三法 火焰原子吸收光谱法。

A.9.4 分析步骤

可直接采用A.8.4.1的试样溶液和空白溶液。

按GB 5009.12—2010 第三法 火焰原子吸收光谱法操作。

平行测定结果的绝对差值不大于 1.0mg/kg，取其算术平均值作为测定结果。

A. 10 钡的测定

A. 10.1 方法提要

柠檬黄铝色淀经干法消解处理后，制备成试样溶液，与钡标准溶液比较，作硫酸钡的浊度限量试验。

A. 10.2 试剂和材料

A. 10.2.1 硫酸。

A. 10.2.2 无水碳酸钠。

A. 10.2.3 盐酸溶液：1+3。

A. 10.2.4 硫酸溶液：1+19。

A. 10.2.5 钡标准溶液：氯化钡（ $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）177.9mg，用水溶解并定容至1000mL。每毫升含有0.1毫克的钡（0.1mg/mL）。

A. 10.3 试样溶液的配制

称取约 1g 试样（精确至 0.001g），放于白金坩埚或陶瓷坩埚中，加少量硫酸润湿，徐徐加热，尽量在低温下使之几乎全部炭化。放冷后，再加 1mL 硫酸，慢慢加热至几乎不发生硫酸蒸气为止，放入高温炉中，于 800℃灼烧 3h。冷却后，加无水碳酸钠 5g 充分混合，加盖后放入高温炉中，于 860℃灼烧 15min，冷却后，加水 20mL，在水浴上加热，将熔融物溶解。冷却后过滤，用水洗涤滤纸上的残渣至洗涤液不呈硫酸盐反应为止。然后将纸上的残渣与滤纸一起移至烧杯中，加 30mL 盐酸溶液，充分摇匀后煮沸。冷却后过滤，用 10mL 水洗涤滤纸上的残渣。将洗涤液与滤液合并，在水浴上蒸发至干。加 5mL 水使残渣溶解，必要时过滤，加 0.25mL 盐酸溶液，充分混合后，再加水配至 25mL 作为试样溶液。

A. 10.4 标准比浊溶液的配制

取5mL钡标准溶液，加0.25mL盐酸溶液。加水至25mL，作为标准比浊溶液。

A. 10.5 分析步骤

在试样溶液和标准比浊溶液中各加1mL硫酸溶液混合，放置10min时，试样溶液混浊程度不得超过标准比浊溶液，即为合格。

附录 B

(规范性附录)

三氯化钛标准滴定溶液的配制方法

B.1 试剂和材料

B.1.1 盐酸。

B.1.2 硫酸亚铁铵。

B.1.3 硫氰酸铵溶液：200g/L。

B.1.4 硫酸溶液：1+1。

B.1.5 三氯化钛溶液。

B.1.6 重铬酸钾标准滴定溶液： $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.1\text{mol/L}$ ，按GB/T602配制与标定。

B.2 仪器和设备

见图 A.1。

B.3 三氯化钛标准滴定溶液的配制

B.3.1 配制

取 100mL 三氯化钛溶液和 75mL 盐酸，置于 1000mL 棕色容量瓶中，用煮沸并已冷却到室温的水稀释至刻度，摇匀，立即倒入避光的下口瓶中，在二氧化碳气体保护下贮藏。

B.3.2 标定

称取约 3g（精确至 0.0001g）硫酸亚铁铵，置于 500mL 锥形瓶中，在二氧化碳气流保护作用下，加入 50mL 煮沸并已冷却的水，使其溶解，再加入 25mL 硫酸溶液，继续在液面下通入二氧化碳气流作保护，迅速准确加入 35mL 重铬酸钾标准滴定溶液，然后用需标定的三氯化钛标准溶液滴定到接近计算量终点，立即加入 25mL 硫氰酸铵溶液，并继续用需标定的三氯化钛标准溶液滴定到红色转变为绿色，即为终点。整个滴定过程应在二氧化碳气流保护下操作，同时做一空白试验。

B.3.3 结果计算

三氯化钛标准溶液的浓度以 $c(\text{TiCl}_3)$ 计，单位以摩尔每升（mol/L）表示，按公式(B.1)计算：

$$c(\text{TiCl}_3) = \frac{cV_1}{V_2 - V_3} \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

式中：

c ——重铬酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_1 ——重铬酸钾标准滴定溶液体积的准确数值，单位为毫升（mL）；

V_2 ——滴定被重铬酸钾标准滴定溶液氧化成高钛所用去的三氯化钛标准滴定溶液体积的准确数值，单位为毫升（mL）；

V_3 ——滴定空白用去三氯化钛标准滴定溶液体积的准确数值，单位为毫升（mL）。

计算结果表示到小数点后 4 位。

以上标定需在分析样品时即时标定。
