

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

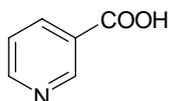
3.1 化学名称

吡啶-3-羧酸

3.2 分子式

$C_6H_5NO_2$

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 nm \pm 1 nm的波长处有最大吸收，在237 nm \pm 1 nm的波长处有最小吸收；237 nm \pm 1 nm波长处的吸光度与262 nm \pm 1 nm波长处的吸光度的比值应为0.35~0.39。

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 $\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_2$ 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 $\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_2$ 计）的质量分数 w_1 ，数值以%表示，按公式（A.1）计算：

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

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 ——氢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） [$M(\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_2)=123.1$]。

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℃±2℃干燥至恒重的扁形称量瓶中，在 105℃±2℃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：

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

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 0.05%。

A.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 μg 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 g ± 0.01 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 5 min，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℃±50℃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℃±50℃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:

$$w_3 = \frac{m_3 - m_4}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.3)$$

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 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 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 9 cm 以上, 内径 0.9~1.1 mm, 壁厚 0.10 mm~0.15 mm, 一端熔封; 当所用温度计浸入传温液在 6 cm 以上时, 管长应适当增加, 使露出液面 3 cm 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 3 mm。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 2.5 cm 以上 (用内加热的容器, 温度计汞球与加热器上表面距离 2.5 cm 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 $1.0^\circ\text{C} \sim 1.5^\circ\text{C}$, 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。

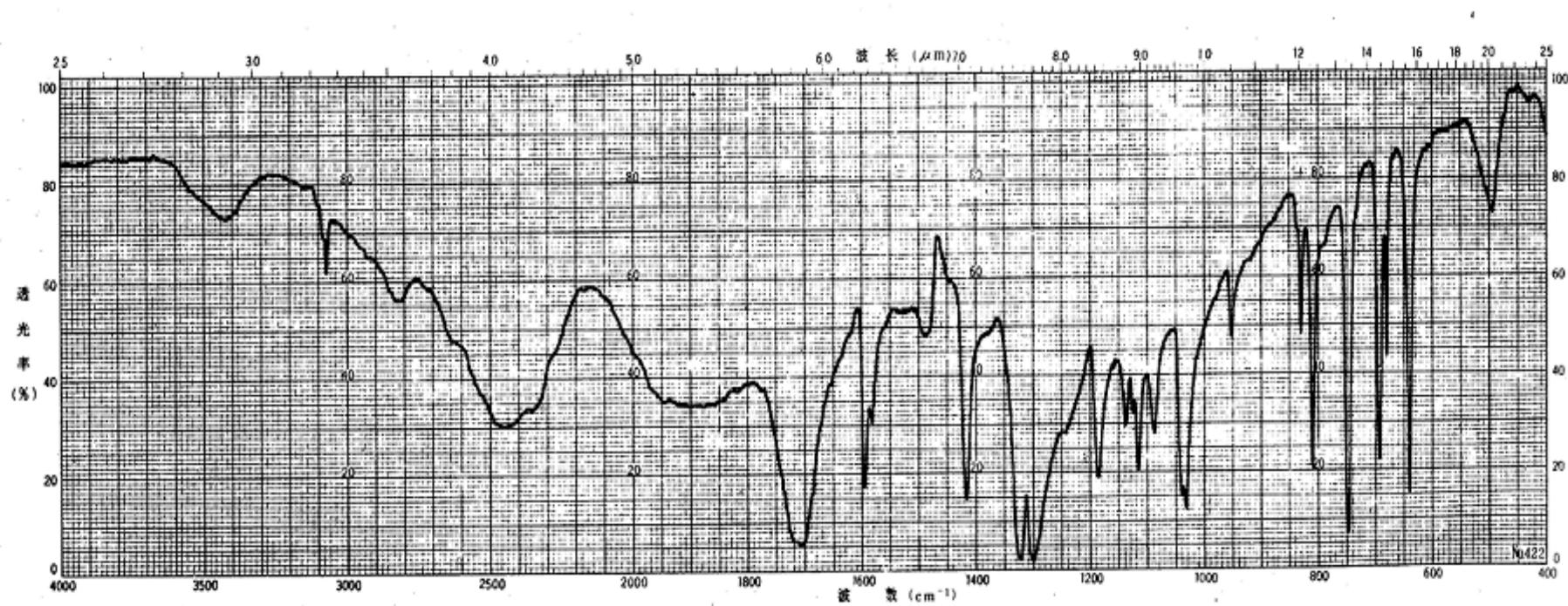
- A. 10. 1. 2 硫酸。
- A. 10. 1. 3 盐酸。
- A. 10. 1. 4 甘油。
- A. 10. 1. 5 乙酸铵。
- A. 10. 1. 6 硝酸铅。
- A. 10. 1. 7 硫代乙酰胺。
- A. 10. 1. 8 氨试液：400→1000。
- A. 10. 1. 9 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$ 。
- A. 10. 1. 10 盐酸溶液： $c(\text{HCl}) = 2 \text{ mol/L}$ 。
- A. 10. 1. 11 盐酸溶液： $c(\text{HCl}) = 7 \text{ mol/L}$ 。
- 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，摇匀，作为贮备液。临用前，移取10 mL \pm 0.02 mL贮备液，置于100 mL容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，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 \pm 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，摇匀，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