



中华人民共和国国家标准

GB 1886.249—2016

食品安全国家标准

食品添加剂 4-己基间苯二酚

2016-08-31 发布

2017-01-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

食品安全国家标准

食品添加剂 4-己基间苯二酚

1 范围

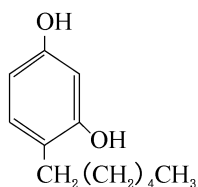
本标准适用于由己酰间苯二酚还原并经重结晶制得的食品添加剂 4-己基间苯二酚。

2 分子式、结构式和相对分子质量

2.1 分子式



2.2 结构式



2.3 相对分子质量

194.27(按 2013 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
色泽	白色	取适量试样置于 50 mL 烧杯中,在自然光下观察色泽和状态
状态	粉末	

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
4-己基间苯二酚(C ₁₂ H ₁₈ O ₂)含量(以干基计),w/%	≥ 98.0	附录 A 中 A.4
熔点范围/℃	62~67	GB/T 617—2006 中 4.1
酸度	通过试验	附录 A 中 A.5
硫酸盐灰分,w/%	≤ 0.1	附录 A 中 A.6
间苯二酚和其他酚类	通过试验	附录 A 中 A.7
镍(Ni)/(mg/kg)	≤ 2.0	GB 5009.138
汞(Hg)/(mg/kg)	≤ 3.0	GB 5009.17 食品中总汞的测定 中的冷原子吸收光谱法
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 2.0	GB 5009.12

附录 A 检验方法

A.1 警示

本标准的检验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时应采取适当的安全和防护措施。

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 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、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。所用溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

A.3 鉴别试验

A.3.1 溶解性试验

试样易溶于乙醚和丙酮,微溶于水。

A.3.2 硝酸反应

A.3.2.1 试剂和材料

硝酸。

A.3.2.2 鉴别方法

取 1.0 mL 试样的饱和溶液,加 1 mL 硝酸出现亮红色。

A.3.3 溴水反应

A.3.3.1 试剂和材料

A.3.3.1.1 溴的饱和溶液:于 100 mL 水中边搅拌边加入 2 mL~3 mL 溴。溶液保存于具玻璃瓶塞的玻璃瓶中,玻璃塞磨口处应涂抹凡士林。

A.3.3.1.2 氨水溶液:4+6。

A.3.3.2 鉴别方法

移取 1.0 mL 试样的饱和溶液,加入 1 mL 溴的饱和溶液,应产生黄色絮状沉淀。再加入 2 mL 氨水溶液,黄色沉淀应溶解,溶液应呈现黄色。

A.3.4 红外光谱

用氯化钠(光谱纯)研磨分散试样,压片后利用红外光谱仪检测所得谱图应与附录 B 中图 B.1 一致。

A.4 4-己基间苯二酚(C₁₂H₁₈O₂)含量(以干基计)的测定

A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 甲醇。

A.4.1.2 盐酸。

A.4.1.3 三氯甲烷。

A.4.1.4 碘化钾溶液:称取 16.5 g 碘化钾,溶于 100 mL 水中。保存于不透光的试剂瓶中,使用期为 7 d。

A.4.1.5 溴溶液: $c(\frac{1}{2}\text{Br}_2)=0.1\text{ mol/L}$ 。称取 15.0 g 溴化钾、3 g 溴酸钾溶于水中,稀释至 1 000 mL,储存于塑料瓶中。

A.4.1.6 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4)=0.1\text{ mol/L}$ 。

A.4.1.7 淀粉指示液。

A.4.2 仪器和设备

玻璃干燥器:内置硅胶。

A.4.3 分析步骤

称取 0.1 g 已于玻璃干燥器中干燥 4 h 的试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 碘量瓶,加入 10 mL 甲醇,使试样溶解,量取 30.0 mL 溴溶液移入碘量瓶中,快速加入 5 mL 盐酸立即塞紧塞子,边振摇边用大量水冲洗碘量瓶的外壁,持续 5 min,冷却至室温后再放置 5 min。在碘量瓶的水封槽中加入 6 mL 碘化钾溶液,小心松动玻璃塞,使碘化钾溶液流入瓶中立即塞紧玻璃塞,轻摇。加入 1 mL 三氯甲烷,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,近终点时,加 3 mL 淀粉指示液,继续滴定至溶液蓝色消失。

同时进行空白试验。空白试验除不加试样外其他操作及加入试剂的种类和量(标准滴定溶液除外)与测定试验相同。

A.4.4 结果计算

4-己基间苯二酚(C₁₂H₁₈O₂)含量(以干基计)的质量分数 ω_1 ,按式(A.1)计算:

$$\omega_1 = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times M}{m \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(\text{A.1})$$

式中:

V_0 ——空白试验所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——滴定试样溶液所消耗的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的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——4-己基间苯二酚的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\frac{1}{4}\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{O}_2)=48.57$];

m ——试样的质量,单位为克(g);

1 000——换算系数。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。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 0.3%。

A.5 酸度的测定

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 无二氧化碳的水。

A.5.1.2 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) = 0.02 \text{ mol/L}$ 。移取 20 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$ ，置于聚乙烯容器中，用无二氧化碳的水稀释至 1 000 mL。

A.5.1.3 甲基红指示液。

A.5.2 仪器和设备

微量滴定管：分度值为 0.01 mL 或 0.02 mL。

A.5.3 分析步骤

称取 $0.250 \text{ g} \pm 0.001 \text{ g}$ 试样，溶于 500 mL 无二氧化碳的水中振摇 5 min，滴加 3 滴甲基红指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈红色为终点，氢氧化钠标准滴定溶液的消耗量不应大于 1.0 mL。

A.6 硫酸盐灰分的测定

A.6.1 试剂和材料

硫酸溶液：20%。

A.6.2 仪器和设备

A.6.2.1 铂坩埚：30 mL。

A.6.2.2 高温炉：温度能控制为 $800 \text{ }^\circ\text{C} \pm 25 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

A.6.3 分析步骤

称取约 2 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于已在 $800 \text{ }^\circ\text{C} \pm 25 \text{ }^\circ\text{C}$ 下质量恒定的铂坩埚中，加入适量的硫酸溶液使试样完全润湿，置于电热板上缓慢加热，直到试样干燥并完全炭化，冷却，加入 0.5 mL 硫酸溶液润湿试样残渣，再置于电热板上加热至白烟冒尽，移入 $800 \text{ }^\circ\text{C} \pm 25 \text{ }^\circ\text{C}$ 的高温炉中灼烧 15 min。

A.6.4 结果计算

硫酸盐灰分的质量分数 w_2 ，按式(A.2)计算：

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

式中：

m_1 ——硫酸盐灰分和铂坩埚的质量，单位为克(g)；

m_2 ——铂坩埚的质量，单位为克(g)；

m ——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。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 0.05%。

A.7 间苯二酚和其他酚类的测定

A.7.1 试剂和材料

A.7.1.1 氯化铁溶液:称取 9.0 g 氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),溶于 100 mL 水中。

A.7.1.2 定性滤纸。

A.7.2 分析步骤

称取约 1 g 试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 水,振摇 5 min 后,用定性滤纸过滤,滤液滴入 3 滴氯化铁溶液后不应呈现红色或绿色。

附 录 B

4-己基间苯二酚标准红外光谱图

4-己基间苯二酚标准红外光谱图见图 B.1。

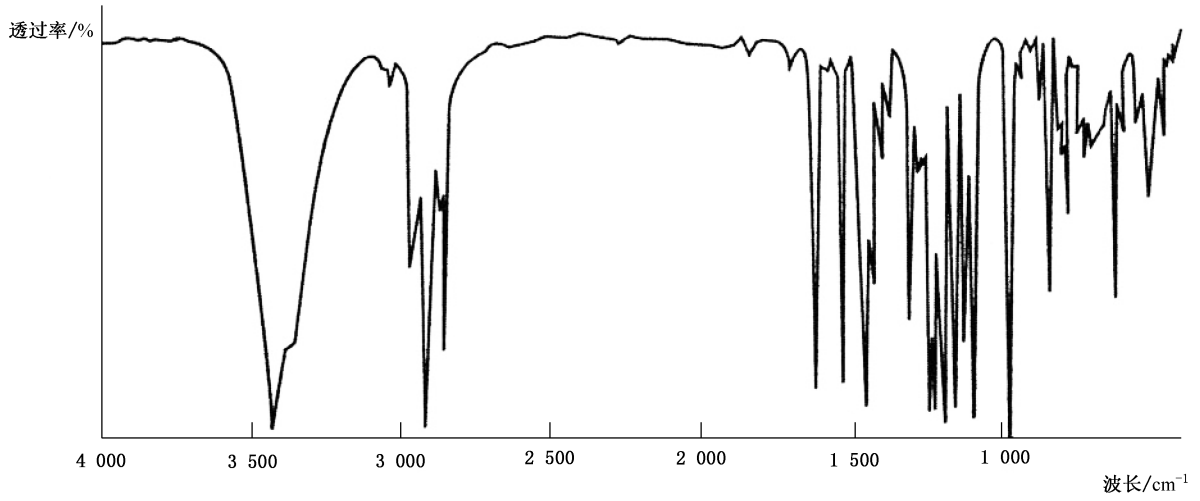


图 B.1 4-己基间苯二酚标准红外光谱图