

中华人民共和国国家标准

GB 1886.303—2021

食品安全国家标准 食品添加剂 食用单宁

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 食用单宁

1 范围

本标准适用于以五倍子(*Galla chinensis*)为原料,经乙醇或乙酸乙酯提取、加工制得的主要成分为单宁酸的食品添加剂食用单宁。

2 技术要求

2.1 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	黄白色至浅棕色	取适量试样置于白搪瓷盘内,在自然光线下观察色泽和状态,嗅气味
状态	粉末	
气味	无臭或有轻微的特征性气味	

2.2 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
单宁酸含量(以干基计),w/%	≥ 96.0	附录 A 中 A.3
干燥减量,w/%	≤ 9.0	GB 5009.3 直接干燥法 ^a
灼烧残渣,w/%	≤ 1.0	附录 A 中 A.4
树胶或糊精	通过试验	附录 A 中 A.5
树脂物质	通过试验	附录 A 中 A.6
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 2.0	GB 5009.75 或 GB 5009.12
残留溶剂(乙酸乙酯) ^b /(mg/kg)	≤ 25	附录 A 中 A.7

^a 干燥温度为 105 ℃ ± 2 ℃,干燥时间为 2 h。
^b 仅针对提取溶剂为乙酸乙酯的产品。

附录 A 检验方法

A.1 一般规定

本标准除另有规定外,所用试剂的纯度均为分析纯,所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,应按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规定。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 氯化铁试验

在 100 g/L 的试样溶液中,加入少量 90 g/L 的氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶液,溶液应变为蓝黑色或并有絮状沉淀生成。

A.2.2 沉淀试验

在 100 g/L 的试样溶液中,逐滴加入 1% 白蛋白或明胶溶液,溶液应有灰白色絮状沉淀生成。

A.3 单宁酸含量(以干基计)的测定

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 聚酰胺-6。

A.3.1.2 氨水溶液:量取 50 mL 氨水,加水稀释至 1 000 mL。

A.3.2 仪器和设备

A.3.2.1 pH 计(精度 ± 0.1)。

A.3.2.2 恒温振荡器。

A.3.2.3 蒸发皿。

A.3.2.4 电热恒温水浴锅。

A.3.2.5 电热恒温干燥箱。

A.3.3 分析步骤

称取约 2 g 试样(干基,精确至 0.000 1 g),加少量水溶解,用氨水溶液调节 pH 至 5.0 ± 0.1 ,再用水定容至 500 mL。吸取上述溶液 100 mL,移入 250 mL 棕色具塞广口瓶中,加 8 g 聚酰胺-6,在 $20\text{ }^\circ\text{C} \sim 25\text{ }^\circ\text{C}$ 下振荡 40 min。静置 10 min 后用双层滤纸过滤,滤液应澄清。吸取 50 mL 滤液置于经 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥 2 h 的蒸发皿上,蒸气浴蒸干,再在 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 下干燥 2 h。干燥器中冷却 30 min,称重。同时做空白试验。

A.3.4 结果计算

单宁酸含量(以干基计)的质量分数 w_1 按式(A.1)计算。

$$\omega_1 = \frac{m - (m_1 - m_0) \times 10}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

m ——试样的质量(干基),单位为克(g)。

m_1 ——试样分析最终得到的干燥物的质量,单位为克(g)；

m_0 ——空白分析最终得到的干燥物的质量,单位为克(g)；

10 ——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。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 0.5%。

A.4 灼烧残渣的测定

A.4.1 试剂和材料

硫酸。

A.4.2 仪器和设备

A.4.2.1 坩埚。

A.4.2.2 高温炉。

A.4.2.3 干燥器。

A.4.3 分析步骤

称取约 1 g 试样(精确至 0.000 1 g),放入已灼灼至恒重的坩埚中(前后两次称量相差不超过 0.5 mg),在电炉上缓缓灼灼至完全炭化,冷却至室温。加入约 0.5 mL 硫酸使湿润,低温加热至硫酸蒸气完全逸出。移入高温炉中,在 800 °C ± 25 °C 下灼灼至恒重(前后两次称量相差不超过 0.5 mg)。移至干燥器内,放冷至室温,准确称重。

A.4.4 结果计算

灼烧残渣的质量分数 ω_2 按式(A.2)计算。

$$\omega_2 = \frac{m_3 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

m_3 ——坩埚与残渣的总质量,单位为克(g)；

m_2 ——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 0.02%。

A.5 树胶或糊精试验

称取 1 g 试样,溶解于 5 mL 60 °C ~ 70 °C 的水中,过滤。在滤液中加入 10 mL 95% 乙醇,在 15 min 内溶液应澄清透明,不得发生浑浊,即为通过试验。

A.6 树脂物质试验

称取 1 g 试样,溶解于 5 mL 60 °C~70 °C 的水中,过滤。在滤液中加入 10 mL 水,溶液应澄清透明,不得发生浑浊,即为通过试验。

A.7 残留溶剂(乙酸乙酯)的测定

A.7.1 试剂和材料

A.7.1.1 GB/T 6682 规定的一级水。

A.7.1.2 乙酸乙酯标准品:色谱纯。

A.7.1.3 正丁醇:作为内标物用,色谱纯。

A.7.2 仪器和设备

气相色谱仪:配备氢火焰离子化检测器(FID)和顶空进样器。

A.7.3 参考色谱条件

A.7.3.1 色谱柱:毛细管柱(ϕ 0.32 mm \times 30 m),固定相为 14%氰丙基苯基-86%聚二甲基硅氧烷,厚度为 0.25 μ m,或其他等效的色谱柱。

A.7.3.2 载气:氮气。

A.7.3.3 载气流速:1 mL/min。

A.7.3.4 尾吹气流速:40 mL/min。

A.7.3.5 柱温:80 °C 保持 10 min,以 80 °C/min 升温至 250 °C,保持 2 min。

A.7.3.6 进样口温度:150 °C。

A.7.3.7 检测器温度:250 °C。

A.7.3.8 进样量:1.0 mL。

A.7.4 参考顶空进样条件

A.7.4.1 顶空瓶:25 mL。

A.7.4.2 平衡温度:60 °C。

A.7.4.3 平衡时间:30 min。

A.7.4.4 进样时间:0.5 min。

A.7.5 分析步骤

A.7.5.1 内标溶液的制备

称取约 0.1 g 正丁醇(精确至 0.000 1 g),加水溶解定容至 100 mL。移取上述溶液 5 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水定容得到内标溶液(每 1 mL 含正丁醇 0.05 mg)。

A.7.5.2 标准溶液的制备

称取约 0.1 g 乙酸乙酯标准品(精确至 0.000 1 g),加水溶解定容至 100 mL。移取上述溶液 0.1 mL 于 25 mL 容量瓶中,用内标溶液定容得到标准溶液(每 1 mL 含乙酸乙酯 0.004 mg,正丁醇 0.05 mg),取 5 mL 置于顶空瓶中,加盖密封。

A.7.5.3 试样溶液的制备

称取约 1 g 试样(精确至 0.000 1 g),置于顶空瓶中,加入 5 mL 内标溶液,加盖密封。

A.7.5.4 测定

在 A.7.3 和 A.7.4 参考操作条件下,分别对标准溶液和试样溶液顶空处理后进行色谱分析(见图 B.1 和图 B.2)。

A.7.6 结果计算

A.7.6.1 校准因子 f_i

校准因子 f_i 按式(A.3)计算。

$$f_i = \frac{A_s/c_s}{A_r/c_r} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

A_s ——标准溶液色谱图中正丁醇(内标物)的峰面积值;

c_s ——标准溶液中正丁醇(内标物)的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

A_r ——标准溶液色谱图中乙酸乙酯标准品的峰面积值;

c_r ——标准溶液中乙酸乙酯标准品的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL)。

A.7.6.2 残留溶剂(乙酸乙酯)

残留溶剂(乙酸乙酯)的含量 w_3 ,单位为毫克每千克(mg/kg),按式(A.4)计算。

$$w_3 = \frac{A \times m_i \times f_i}{A_i \times m} \times 1\ 000 \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

A ——试样溶液色谱图中乙酸乙酯的峰面积值;

m_i ——试样溶液中正丁醇(内标物)的质量,单位为毫克(mg);

f_i ——校准因子;

A_i ——试样溶液色谱图中正丁醇(内标物)的峰面积值;

m ——试样的质量,单位为克(g);

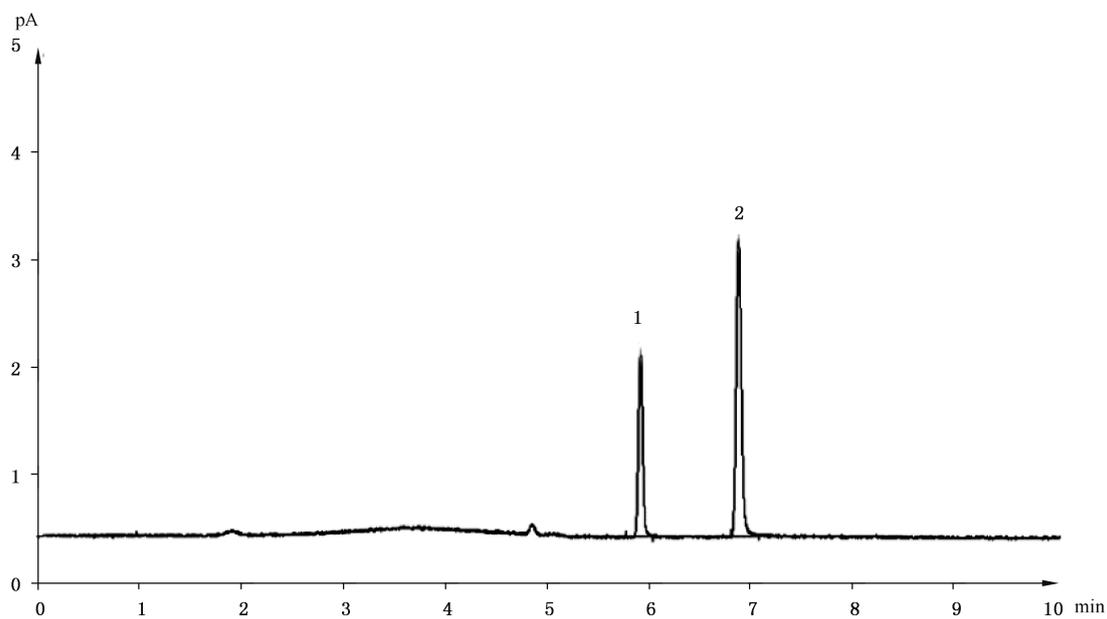
1 000 ——质量换算系数。

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算术平均值的 2.0%。

附录 B 参考气相色谱图

B.1 标准溶液的参考气相色谱图

标准溶液的参考气相色谱图见图 B.1。



说明：

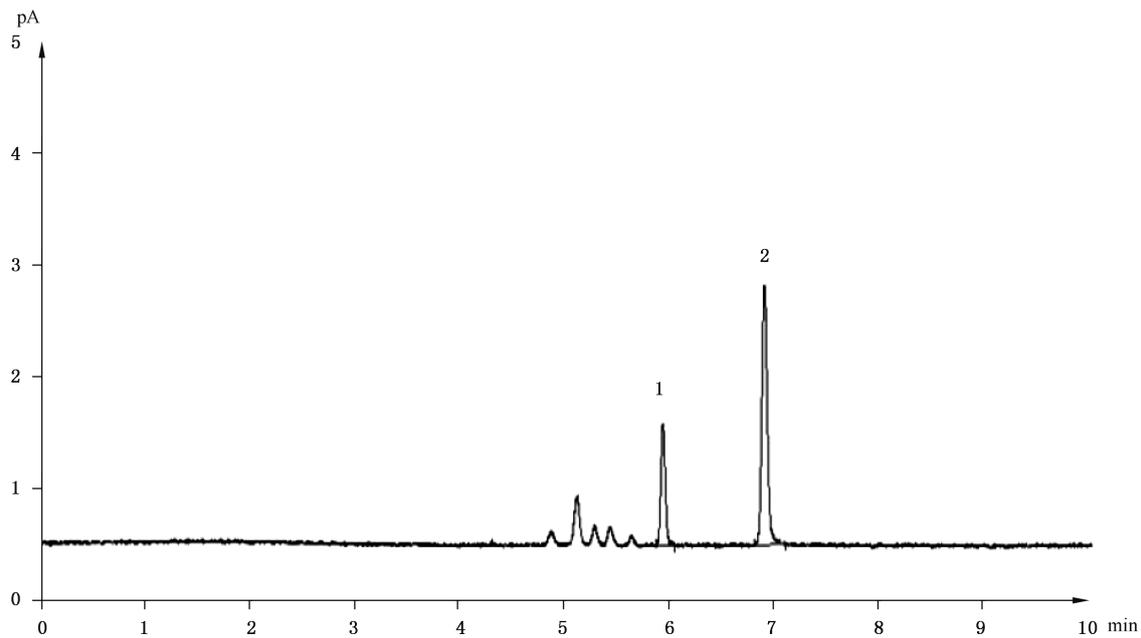
1——乙酸乙酯；

2——正丁醇。

图 B.1 标准溶液的参考气相色谱图

B.2 试样溶液的参考气相色谱图

试样溶液的参考气相色谱图见图 B.2。



说明:

1——乙酸乙酯;

2——正丁醇。

图 B.2 试样溶液的参考气相色谱图