



中华人民共和国国家标准

GB 1886.64—2015

食品安全国家标准 食品添加剂 焦糖色

2015-11-13 发布

2016-05-13 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本标准代替 GB 8817—2001《食品添加剂 焦糖色(亚硫酸铵法、氨法、普通法)》。

本标准与 GB 8817—2001 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 食品添加剂 焦糖色”;
- 修改了吸光度、氨氮和二氧化硫的指标;
- 修改了二氧化硫、4-甲基咪唑的测定方法。

食品安全国家标准

食品添加剂 焦糖色

1 范围

本标准适用于以蔗糖、淀粉糖浆、木糖母液等为原料,采用普通法、苛性亚硫酸盐法、氨法或亚硫酸铵法制成的食品添加剂焦糖色。

2 术语和定义

2.1 普通法焦糖色

以碳水化合物为主要原料,加或不加酸(碱)而制得,不使用氮化合物和亚硫酸盐。

2.2 苛性亚硫酸盐法焦糖色

以碳水化合物为主要原料,在亚硫酸盐存在下,加或不加酸(碱)而制得,不使用氮化合物。

2.3 氨法焦糖色

以碳水化合物为主要原料,在氮化合物存在下,加或不加酸(碱)而制得,不使用亚硫酸盐。

2.4 亚硫酸铵法焦糖色

以碳水化合物为主要原料,在氮化合物和亚硫酸盐同时存在下,加或不加酸(碱)而制得。

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	黑褐色	取适量试样置于清洁、干燥的无色玻璃烧杯中,在自然光线下,观察其色泽和状态
状态	液体、粉末或颗粒	
气味	具有焦糖的焦香味	将试样稀释成 5 g/L~20 g/L 的水溶液,嗅其气味

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
吸光度 $E_{1\text{cm}}^{0.1\%}$ (610 nm)	0.01~1.00	附录 A 中 A.2
氨氮* (以 N 计), $\omega/\%$ \leq	0.6	附录 A 中 A.3
二氧化硫* (以 SO_2 计), $\omega/\%$ \leq	0.2	附录 A 中 A.4 或 GB/T 5009.34 蒸馏法
4-甲基咪唑 ^a / (mg/kg) \leq	200	附录 A 中 A.5
总氮* (以 N 计), $\omega/\%$ \leq	3.3	GB 5009.5 ^b
总硫* (以 S 计), $\omega/\%$ \leq	3.5	附录 A 中 A.6
总砷(以 As 计)/(mg/kg) \leq	1.0	GB 5009.11
铅(Pb)/(mg/kg) \leq	2.0	GB 5009.75
总汞(以 Hg 计)/(mg/kg) \leq	0.1	GB 5009.17
<p>注：带*项目的指标值是吸光度为 0.10 个吸收单位时的指标值(当吸光度不等于 0.10 时,应将各有关指标测定结果进行折算)。</p>		
<p>^a 只针对氨法和亚硫酸铵法制成的焦糖色进行规定。</p> <p>^b 计算公式中不乘以氮换算为蛋白质的系数 F。</p>		

附 录 A 检 验 方 法

A.1 一般规定

本标准除另有规定外,所用试剂的纯度应为分析纯,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 和 GB/T 603 的规定制备,试验用水应符合 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 吸光度 $E_{1\text{ cm}}^{0.1\%}$ (610 nm) 的测定

A.2.1 仪器和设备

分光光度计。

A.2.2 分析步骤

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.002 g,用水溶解,转移至 500 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,溶液若浑浊应离心沉降,得到试样液。取此试样液置于 1 cm 比色皿中,以水做空白对照,用分光光度计在 610 nm 处测定其吸光度(吸光度建议控制在 0.2~0.8 之间,否则应调整试样液浓度,再重新测定吸光度)。

A.2.3 结果计算

吸光度 $E_{1\text{ cm}}^{0.1\%}$ (610 nm),按式(A.1)计算:

$$E_{1\text{ cm}}^{0.1\%} (610\text{ nm}) = \frac{A}{c \times 1\ 000} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

A ——被测试样液的吸光度;

c ——被测试样液的浓度,单位为克每毫升(g/mL);

1 000——浓度换算系数。

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与算术平均值的比值不大于 5%。

A.3 氨氮(以 N 计)的测定

A.3.1 原理

试样在碱性溶液中加热蒸馏,使氨游离蒸出,被硼酸溶液吸收,再用盐酸标准溶液滴定,计算含量。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 氧化镁。

A.3.2.2 硼酸溶液:质量分数为 2%。

A.3.2.3 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.3.2.4 溴甲酚绿-甲基红指示液。

A.3.3 分析步骤

称取试样 5 g, 精确至 0.01 g, 置于 500 mL 蒸馏瓶中, 加氧化镁 2 g、水 200 mL, 加热蒸馏, 蒸馏液吸收于加有 5 滴溴甲酚绿-甲基红指示液的 5 mL 硼酸溶液中, 至蒸馏液约 100 mL 时, 停止蒸馏, 用盐酸标准滴定溶液滴定蒸馏液至灰红色。

A.3.4 结果计算

氨氮(以 N 计)的质量分数 ω_1 , 按式(A.2)计算:

$$\omega_1 = \frac{V \times c \times M \times 0.1}{m \times 1\,000 \times A_{610}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

式中:

V —— 滴定消耗的盐酸标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

c —— 盐酸标准滴定溶液的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

M —— 氮原子的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol), [$M(\text{N})=14$];

0.1 —— 换算系数;

m —— 试样的质量, 单位为克(g);

1 000 —— 体积换算系数;

A_{610} —— 试样在 610 nm 处的吸光度。

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与算术平均值的比值不大于 5%。

A.4 二氧化硫(以 SO_2 计)的测定

A.4.1 原理

试样在氮气的保护下在酸性溶液中加热蒸馏, 使二氧化硫游离蒸出, 被双氧水溶液吸收, 再用氢氧化钠标准溶液滴定, 计算含量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 氮气, 纯度在 99.99% 以上。

A.4.2.2 盐酸溶液: 1+2。

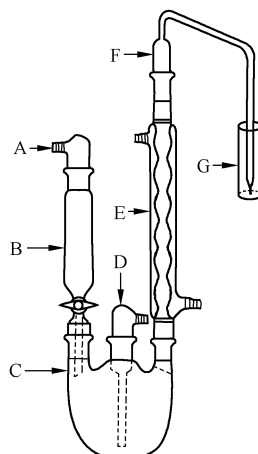
A.4.2.3 过氧化氢溶液: 将 30% 的过氧化氢溶液用水稀释到 3%。在使用之前, 滴加 3 滴甲基红指示液并用 0.01 mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定至溶液呈黄色为终点。如果滴定过了终点, 应另行配制。

A.4.2.4 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.01 \text{ mol/L}$ 。

A.4.3 仪器和设备

A.4.3.1 二氧化硫测定装置图

二氧化硫测定装置图见图 A.1。



说明：

- A —— 内置适配器；
- B —— 分液漏斗；
- C —— 圆底烧瓶；
- D —— 气体内接管；
- E —— 冷凝器；
- F —— 连接球(部件 F 结构图见图 A.2)；
- G —— 接收器。

图 A.1 二氧化硫测定装置图

图 A.1 中的装置用于在沸腾的盐酸水溶液中，选择性地将二氧化硫从试样中转移至 3% 过氧化氢溶液中。该装置比常规的装置更易于连接。由于 3% 过氧化氢溶液的高度在球尖部以上，装置内的反压力是难以避免的，而部件 F 可以将反压力降低到尽可能低的程度，从而减少了由于泄漏造成二氧化硫损失的可能。

图 A.1 中部件 D 需要配备软管连接，如果使用聚乙烯和石英管，在本程序使用前应经过预蒸煮。

按图 A.1 要求连接整个装置，除分液漏斗和烧瓶间的连接外，其他所有连接件的密封面应涂上一层薄层活塞润滑油。所有连接件应夹合紧密，以确保分析过程中的密封性。分液漏斗 B 的体积应大于或等于 100 mL。必须配备带有配备软管连接件的内置适配器 A，以确保内部溶液上方保持一定的压力。（不建议使用恒压滴定漏斗，因为冷凝水可能溶有二氧化硫，会附着在漏斗内壁或管壁）。圆底烧瓶 C，体积 1 000 mL，带有 3 个 24/40 mm 的锥形接口。气体内接管 D 应具有足够的长度，以确保引进的氮气可以达到烧瓶底部 2.5 cm 处。冷凝器 E 的夹套长度应为 300 mm。连接球 F，是按图 A.2 要求订做的玻璃件，与 50 mL 量桶尺寸相同。3% 过氧化氢溶液放置在接收器 G 中，其内径为 2.5 cm，长度为 18 cm。

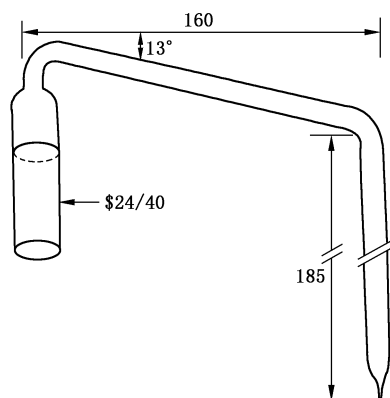


图 A.2 部件 F 结构图

A.4.3.2 滴定管

使用 10 mL 滴定管,配有溢流管和联有烧碱石棉管的软管连接,或相当的空气洗涤器装置。这样可以保证标准滴定液上方的空气中不含有二氧化碳。

A.4.3.3 冷却循环水浴

冷凝器应使用冷却液进行冷却,如 20% 甲醇水溶液,流速应确保冷却器出口温度保持在 5 °C 以下。

A.4.4 分析步骤

A.4.4.1 试样制备

将 0.5 g,或相当于二氧化硫含量为 500 μg ~ 1 500 μg 的试样,精确至 0.01 g,与 100 mL 5% 的乙醇溶液混合均匀。

A.4.4.2 测定准备

按照图 A.1 要求连接装置,烧瓶应连接功率可调的加热器。在烧瓶中加入 400 mL 水。关闭分液漏斗的阀门,在漏斗中加入 90 mL 盐酸溶液。以 200 mL/min \pm 10 mL/min 速度通入氮气。同时开启冷凝器内冷却液。加入 30 mL 过氧化氢溶液到接收器 G 中。15 min 后,装置和水将被彻底脱氧,装置可以进行试样测试。

A.4.4.3 蒸馏

取下分液漏斗,将试样的乙醇溶液定量加入到烧瓶中。将锥形连接处擦拭干净。在分液漏斗外部连接处涂上活塞润滑油。将分液漏斗重新安装。连接好后,应立即恢复通过 3% 过氧化氢溶液的氮气流,检查连接处确保密封。

分液漏斗上方的橡胶球配有阀门,应保证盐酸溶液上方有足够的压力。打开分液漏斗阀门,使盐酸溶液流入烧瓶。持续保证溶液上方有足够的压力。必要时,可暂时关闭阀门以补充压力。为防止二氧化硫流失到分液漏斗,在最后几毫升从分液漏斗中流出之前,应关闭阀门。

连接电源进行加热,控制加热速度使每分钟的回流液为 80 滴 ~ 90 滴。蒸馏 105 min 后,在上述回流速度下,冷却 1 000 mL 烧瓶中的内容物。并转移接收器 G 中的内容物。

A.4.4.4 滴定

加入 3 滴甲基红指示液,用标准滴定溶液滴定上述溶液至黄色终点,并保证 20 s 内不褪色。

A.4.5 结果计算

二氧化硫(以 SO₂ 计)的质量分数 ω_2 ,按式(A.3)计算:

$$\omega_2 = \frac{M \times V \times c \times 0.1}{2 \times m \times 1\,000 \times A_{610}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

- M —— 二氧化硫的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), $[M(\text{SO}_2)=64.06]$;
- V —— 滴定消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- c —— 氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- 0.1 —— 换算系数;
- 2 —— 换算系数;
- m —— 加到 1 000 mL 烧瓶中的试样质量,单位为克(g);
- 1 000 —— 换算系数;
- A_{610} —— 试样在 610 nm 处的吸光度。

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与算术平均值的比值不大于 10%。

A.5 4-甲基咪唑的测定

A.5.1 方法提要

在选定的工作条件下,使试样气化后经色谱柱分离,用火焰离子化检测器检测,用外标法定量。

A.5.2 试剂和材料

- A.5.2.1 丙酮:色谱纯。
- A.5.2.2 4-甲基咪唑对照品:纯度 $\geq 99\%$ 。
- A.5.2.3 硅藻土:色谱纯。
- A.5.2.4 二氯甲烷。
- A.5.2.5 氢氧化钠溶液:3 mol/L。
- A.5.2.6 水:GB/T 6682 中规定的一级水。

A.5.3 仪器和设备

气相色谱仪:配有火焰离子化检测器。

色谱柱:碱性改性的毛细管色谱柱 CD-BASEWAX(30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m)或具有同等分离效果的其他色谱柱。

A.5.4 参考色谱条件

参考色谱条件见表 A.1。

表 A.1 参考色谱条件

项 目	色谱条件
柱温	190 °C
进样口温度	200 °C
检测器温度	250 °C
载气	氮气
流速	50 mL/min
进样量	1.0 μ L

A.5.5 分析步骤

A.5.5.1 4-甲基咪唑标准贮备液的制备

准确称取 50 mg 4-甲基咪唑标准品,置于 50 mL 容量瓶中,用丙酮稀释到刻度,混匀,冷藏保存备用。

A.5.5.2 4-甲基咪唑标准溶液的制备

量取 1.0 mL、1.5 mL、2.0 mL、2.5 mL、3.0 mL、3.5 mL、4.0 mL 及 5.0 mL 4-甲基咪唑标准贮备液,分别置于 10 mL 容量瓶中,用丙酮稀释到刻度,混匀,制得浓度分别为 100 μ g/mL、150 μ g/mL、200 μ g/mL、250 μ g/mL、300 μ g/mL、350 μ g/mL、400 μ g/mL 及 500 μ g/mL 的 4-甲基咪唑标准溶液。冷藏保存,并在 1 个月内使用。

A.5.5.3 试样液的制备

称取 10.0 g 试样,置于 250 mL 烧杯中,加入 5 mL 氢氧化钠溶液,摇匀。在烧杯中加入 20.0 g 硅藻土,用不锈钢刮刀充分搅匀,直至形成半干、均一的混合物。

在 300 mm \times 22 mm(内径)、带聚四氟乙烯旋塞的色谱柱底部塞入细玻璃棉,定量转移混合物至色谱柱中。柱层高约 150 mm。柱顶部放置少许玻璃棉。用二氯甲烷清洗试样烧杯,打开旋塞,将清洗溶液倾倒入柱中。待二氯甲烷通过色谱柱流至旋塞时关闭旋塞,让二氯甲烷停留在柱层中 5 min。再打开旋塞,让二氯甲烷以 5 mL/min 的流速通过柱子。收集 200 mL 洗脱液于 300 mL 圆底烧瓶中,置于旋转蒸发仪上,水浴温度维持在 35 °C,压力为 350 mm~390 mm 汞柱,使大部分洗脱液中的溶剂蒸发掉,浓缩至约 1 mL。在浓缩过程中应注意观察烧瓶,防止爆沸。用移液管定量转移浓缩物至 5 mL 容量瓶中,用丙酮洗涤烧瓶数次(每次约 0.7 mL),洗涤液全部转移至 5 mL 容量瓶中,用丙酮定容至刻度,混匀,备用。

A.5.5.4 测定

调节气相色谱仪至表 A.1 所示的操作条件,待仪器稳定后即可分别对不同浓度的 4-甲基咪唑标准溶液和试样溶液进行色谱分析,以外标法定量。

A.6 总硫(以 S 计)的测定

A.6.1 试剂和材料

A.6.1.1 氧化镁。

A.6.1.2 硝酸镁[Mg(NO₃)₂·6H₂O]。

A.6.1.3 蔗糖。

A.6.1.4 硝酸。

A.6.1.5 盐酸溶液:1+1。

A.6.1.6 氯化钡溶液:质量分数为10%。

A.6.2 分析步骤

选用与高温炉相配的最大瓷坩埚(防止反应飞溅),加入1 g~3 g 氧化镁或相当量的硝酸镁[Mg(NO₃)₂·6H₂O](6.4 g~19.2 g),1 g 蔗糖,50 mL 硝酸。称取适量试样(总硫含量≤2.5%的称取5 g,总硫含量>2.5%的称取1 g),精确至0.01 g,加入到瓷坩埚中。在蒸汽浴中蒸发至糊状,再于电炉上炭化至无烟,然后放入高温炉中,升温至525℃,保持温度4 h~5 h,冷却。用100 mL 水溶解试样,用盐酸溶液中和至pH7,再加2 mL 盐酸溶液,将溶液过滤至烧杯中,加热沸腾,边搅拌,边慢慢滴加氯化钡溶液20 mL 至热溶液中,沸腾5 min,放置过夜。用无灰滤纸过滤,把沉淀全部转移到滤纸上,用热水充分洗涤滤纸及沉淀物。然后将滤纸及沉淀物放入预先在800℃高温炉中恒重过的铂锅中,在烘箱中105℃保持1 h,取出。用电炉缓慢加热至炭化。然后在高温炉中800℃灰化1 h,冷却,称量。同样方法做空白试验。

A.6.3 结果计算

总硫(以S计)的质量分数 w_3 ,按式(A.4)计算:

$$w_3 = \frac{(m_S - m_B) \times 0.137 \times 0.1}{m \times A_{610}} \times 100\% \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

m_S ——硫酸钡灼烧后的残余质量,单位为克(g);

m_B ——空白试验所得灼烧的残余质量,单位为克(g);

0.137——硫酸钡换算成硫的系数;

0.1 ——换算系数;

m ——试样的质量,单位为克(g);

A_{610} ——试样在610 nm处的吸光度。

