



中华人民共和国国家标准

GB XXXX—XXXX

食品安全国家标准 食品添加剂 靛蓝铝色淀

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中华人民共和国卫生部 发布

食品安全国家标准

食品添加剂 靛蓝铝色淀

1 范围

本标准适用于由靛蓝和氢氧化铝作用生成的食品添加剂靛蓝铝色淀。

2 分子式、相对分子量

2.1 分子式



2.2 相对分子量

466.36（按 2007 年国际相对原子质量）

3 技术要求

3.1 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	蓝色	取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，观察其色泽和状态。
组织状态	粉末	

3.2 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
靛蓝含量, w/%	≥ 10.0	附录 A 中 A.3
干燥减量, w/%	≤ 30.0	附录 A 中 A.4
盐酸和氨水中不溶物, w/%	≤ 0.50	附录 A 中 A.5
副染料, w/%	≤ 1.0	附录 A 中 A.6
砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 3	附录 A 中 A.7
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 10	附录 A 中 A.8
钡(以 Ba 计)/(mg/kg)	≤ 500	附录 A 中 A.9

附录 A

检验方法

A.1 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 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、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。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

A.2.1 试剂和溶液

- A.2.1.1 硫酸溶液：1+20。
- A.2.1.2 盐酸溶液：1+4。
- A.2.1.3 氢氧化钠溶液：100 g/L。
- A.2.1.4 乙酸铵溶液：1.5 g/L。

A.2.2 仪器

- A.2.2.1 分光光度计。
- A.2.2.2 比色皿：10 mm。

A.2.3 分析步骤

A.2.3.1 颜色反应

称取约 0.1 g 试样，加 5 mL 硫酸溶液，在水浴中不断摇动，加热约 5 min，溶液呈蓝紫色，冷却后，取上层澄清液滴 2 滴~3 滴，加 5 mL 水，仍呈蓝紫色。

A.2.3.2 铝盐反应

称取约 0.1 g 试样，加 5 mL 氢氧化钠溶液，在水浴中加热 5 min，不时摇动，溶液呈黄棕色，冷却后，用盐酸溶液中和至中性，出现蓝紫色胶状沉淀。

A.2.3.3 最大吸收波长

称取约 0.1 g 试样，加硫酸溶液 5 mL，在水浴中加热溶解，充分搅匀后，加乙酸铵溶液配至 100 mL。溶液不澄清时进行离心分离。然后取此溶液 1 mL~5 mL，加乙酸铵溶液配至 100 mL。使测定的吸光度值在 0.3~0.7 范围内，此溶液的最大吸收波长为 $612 \text{ nm} \pm 2 \text{ nm}$ 。

A.3 靛蓝含量的测定

A.3.1 三氯化钛滴定法（仲裁法）

A.3.1.1 方法提要

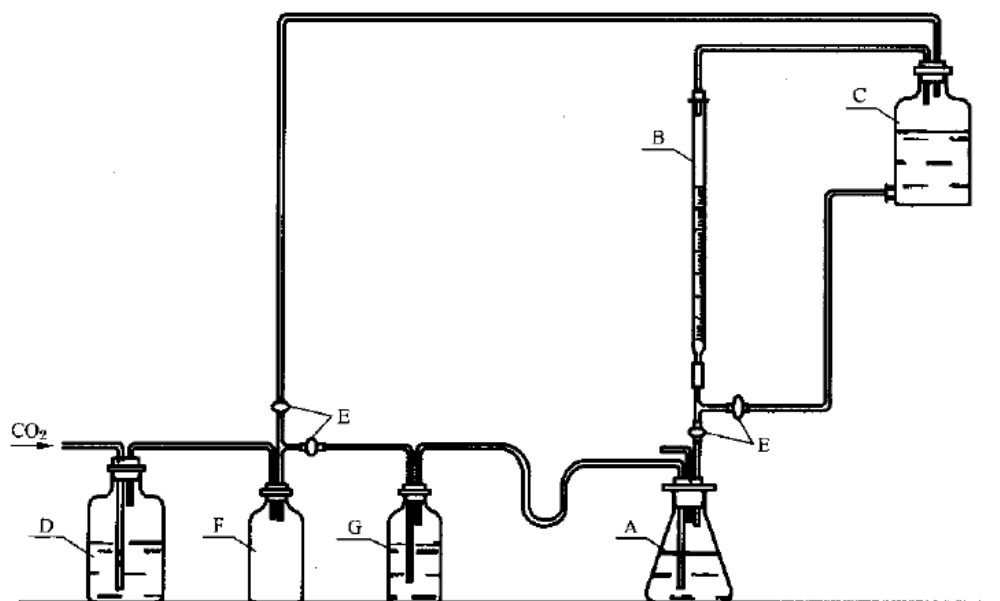
在酸性介质中，靛蓝铝色淀溶解成色素，其染料结构中的氨基被三氯化钛还原分解成氨基化合物，按三氯化钛标准滴定溶液的消耗量，计算其含量。

A.3.1.2 试剂和材料

- A.3.1.2.1 酒石酸氢钠。
- A.3.1.2.2 硫酸溶液：1+20。
- A.3.1.2.3 三氯化钛标准滴定溶液： $c(\text{TiCl}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ （现配现用，配制方法见附录 B）。
- A.3.1.2.4 二氧化碳。

A.3.1.3 仪器和设备

见图 A.1。



- A——锥形瓶（500 mL）；
 B——棕色滴定管（50 mL）；
 C——包黑纸的下口玻璃瓶（2000 mL）；
 D——盛碳酸铵和硫酸亚铁等量混合液的容器（5000 mL）；
 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.3.1.4 分析步骤

称取约 5 g 试样(精确至 0.0001 g), 加入硫酸溶液 20 mL 及 50 mL 新煮沸并冷却至室温的水, 不断摇动下水浴加热至溶解后, 移入 500 mL 锥形瓶中, 加入 15 g 酒石酸氢钠和 150 mL 新煮沸并冷却至室温的水, 按图 A.1 装好仪器, 在液面下通入二氧化碳的同时, 加热至沸, 并用三氯化钛标准滴定溶液滴定到其固有颜色消失为终点。

A.3.1.5 结果计算

靛蓝含量以质量分数 w_1 计, 数值以 % 表示, 按公式 (A.1) 计算:

$$w_1 = \frac{(V/1000) \times c \times (M/2)}{m_1} \times 100 \dots \dots \dots (A.1)$$

式中:

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);

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);

m_1 ——试样质量的数值, 单位为克 (g);

M ——靛蓝的摩尔质量数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M(C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2) = 466.36$)。

计算结果表示到小数点后 1 位。

实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得超过算术平均值的 1.0%。

A.3.2 分光光度比色法

A.3.2.1 方法提要

将试样与已知含量的靛蓝标准样品分别溶解后，在最大吸收波长处，分别测其吸光度值，然后计算其含量。

A.3.2.2 试剂和材料

A.3.2.2.1 乙酸溶液：1+10。

A.3.2.2.2 乙酸铵溶液：1.5 g/L。

A.3.2.2.3 靛蓝标准样品：含量 $\geq 85.0\%$ （质量分数，按A.3.1测定）。

A.3.2.3 仪器和设备

A.3.2.3.1 分光光度计。

A.3.2.3.2 比色皿：10 mm。

A.3.2.4 分析步骤

A.3.2.4.1 靛蓝标准样品溶液的制备

称取约 0.25 g 靛蓝标准样品（精确到 0.0001g），溶于适量水中，移入 1 000 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。准确吸取 10 mL，移入 500 mL 容量瓶中，加入乙酸铵溶液稀释至刻度，摇匀，备用。

A.3.2.4.2 靛蓝铝色淀试样溶液的制备

称取约 0.5 g 靛蓝铝色淀试样（精确到 0.0001g），加 10 mL 乙酸溶液及 50 mL 新煮沸并冷却至室温的水，不断摇动下水浴加热至溶解后，移入 1 000mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。吸取 10 mL，移入 500 mL 容量瓶中，加乙酸铵溶液稀释至刻度，摇匀，备用。

A.3.2.4.3 测定

将靛蓝标准样品溶液和靛蓝铝色淀试样溶液分别置于 10 mm 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，以乙酸铵溶液作参比液。

A.3.2.5 结果计算

靛蓝含量以质量分数 w_2 计，数值以%表示，按公式(A.2)计算：

$$w_2 = \frac{A_1 \times m_0}{A_0 \times m_1} \times w_0 \cdots \cdots (A.2)$$

式中：

A_1 ——靛蓝铝色淀试样溶液的吸光度值；

m_0 ——靛蓝标准样品质量的数值，单位为克（g）；

A_0 ——靛蓝标准样品溶液的吸光度值；

m_1 ——试样质量的数值，单位为克（g）。

w_0 ——靛蓝标准样品含量的数值，%。

计算结果表示到小数点后 1 位。

实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得超过算术平均值的 1.0%。

A.4 干燥减量的测定

A.4.1 分析步骤

称取约 2 g 试样（精确到 0.0001g），置于已在 135℃ \pm 2℃恒温烘箱中恒量的 ϕ (30~40) mm 称量瓶中，在 135℃ \pm 2℃恒温烘箱中烘至恒量。

A.4.2 结果计算

干燥减量以质量分数 w_3 计，数值以%表示，按公式(A.3)计算：

$$w_3 = \frac{m_2 - m_3}{m_2} \times 100 \dots \dots \dots (A.3)$$

式中：

m_2 —— 试样干燥前质量的数值，单位为克（g）；

m_3 —— 试样干燥至恒量后质量的数值，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后 1 位。

实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得超过算术平均值的 0.2%。

A.5 盐酸和氨水中不溶物的测定

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 盐酸。

A.5.1.2 盐酸溶液：3+7。

A.5.1.3 氨水溶液：4+96。

A.5.1.4 硝酸银溶液：c(AgNO₃)=0.1 mol/L。

A.5.2 仪器和设备

A.5.2.1 玻璃砂芯坩埚：G4，孔径为 5 μm~15 μm。

A.5.2.2 恒温烘箱。

A.5.3 分析步骤

称取约 2g 试样（精确至 0.001g），置于 600 mL 烧杯中，加 20 mL 水和 20 mL 盐酸，充分搅拌后加入 300 mL 热水，搅匀，盖上表面皿，在 70℃~80℃ 水浴中加热 30 min，冷却，用已在 135℃±2℃ 烘至恒量的玻璃砂芯坩埚（G₄）过滤，用约 30 mL 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 100 mL 氨水溶液洗涤，后用 10 mL 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℃ 恒温烘箱中烘至恒量。

A.5.4 结果计算

盐酸和氨水中不溶物以质量分数 w_4 计，数值用 % 表示，按公式 (A.4) 计算：

$$w_4 = \frac{m_4}{m_5} \times 100 \dots \dots \dots (A.4)$$

式中：

m_4 —— 干燥后不溶物质量的数值，单位为克（g）；

m_5 —— 试样质量的数值，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后 2 位。

实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得超过算术平均值的 0.10%。

A.6 副染料的测定

A.6.1 方法提要

用纸上层析法将各组份分离，洗脱，然后用分光光度法定量。

A.6.2 试剂和材料

A.6.2.1 2-丁酮。

A.6.2.2 丙酮。

A.6.2.3 丙酮溶液：1+1。

A.6.2.4 盐酸溶液：1+200。

A.6.2.5 醋酸溶液：1+20。

A.6.3 仪器和设备

A.6.3.1 分光光度计。

A.6.3.2 层析滤纸：1号中速，150 mm×250 mm。

A.6.3.3 层析缸：φ240 mm×300 mm。

A.6.3.4 微量进样器：100 μL。

A.6.3.5 纳氏比色管：50 mL有玻璃磨口塞。

A.6.3.6 玻璃砂芯漏斗：G3，孔径为15 μm~40 μm。

A.6.3.7 50 mm比色皿。

A.6.3.8 10 mm比色皿。

A.6.4 分析步骤

A.6.4.1 纸上层析条件

A.6.4.1.1 展开剂：二丁酮+丙酮+水=7+3+3。

A.6.4.1.2 温度：20℃~25℃。

A.6.4.2 试样溶液的制备

称取约2 g 试样（精确至0.001 g），置于烧杯中，加入醋酸溶液80 mL，加热至沸，搅拌使其溶解，冷却后移入100 mL容量瓶中，稀释至刻度，摇匀备用，该试样溶液浓度为2%。

A.6.4.3 试样洗出液的制备

用微量进样器吸取100 μL 试样溶液，均匀地注在离滤纸底边25 mm的一条基线上，成一直线，使其在滤纸上的宽度不超过5 mm，长度为130 mm，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10 mm，待展开剂前沿线上升至150 mm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。

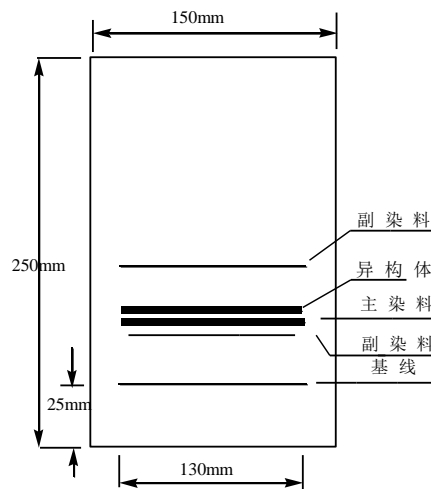


图 A.2 副染料层析示意图

将展开后取得的各个副染料（异构体除外）和在空白滤纸上与各副染料相对应部位的滤纸按同样大小剪下，并剪成约5 mm×15 mm的细条，分别置于50 mL的纳氏比色管中，准确加入5 mL丙酮溶液，摇动3 min~5 min后，再准确加入盐酸溶液20 mL，充分摇动，然后分别在G₃玻璃砂芯漏斗中自

然过滤，滤液必须澄清，无悬浮物。分别得到各副染料和空白洗出溶液。在各自副染料的最大吸收波长处，用 50 mm 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时，以 5 mL 丙酮溶液和 20 mL 盐酸溶液的混合液作参比溶液。

A.6.4.4 标准溶液的制备

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

A.6.4.5 标准洗出溶液的制备

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 25 mm 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 40 mm，取出用冷风吹干，剪下所有展开的染料部分，按本标准 A6.4.3 的方法进行萃取操作，得到标准洗出溶液。用 10 mm 比色皿在最大吸收波长处测定吸光度值。

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。

A.6.4.6 结果计算

副染料的含量以质量分数 w_5 计，数值以 % 表示，按公式 (A.5) 计算：

$$w_5 = \frac{\left[\sum_{i=1}^n (A_n - b_n) / 5 \right]}{(A_s - b_s) \times (100/6)} \times w_s \dots\dots\dots (A.5)$$

式中：

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

A_s ——标准样品洗出溶液以 10 mm 光径长度测定出的吸光度值；

b_s ——标准样品对照空白洗出溶液以 10 mm 光径长度测定出的吸光度值；

5——折算成以 10 mm 光径长度的比数；

100/6——标准样品洗出溶液折算成 2 % 试验溶液的比数；

w_s ——试样中靛蓝的质量分数，%。

计算结果表示到小数点后 1 位。

实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得超过算术平均值的 0.2%。

A.7 砷的测定

A.7.1 方法提要

靛蓝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.7.2 试剂和材料

A.7.2.1 硝酸。

A.7.2.2 硫酸溶液：1+1。

A.7.2.3 硝酸-高氯酸混合溶液：3+1。

A.7.2.4 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个标准溶液。

A.7.2.5 氢氧化钠溶液：1 g/L。

A.7.2.6 硼氢化钠溶液：8 g/L (溶剂为 1g/L 的氢氧化钠溶液)。

A.7.2.7 盐酸溶液：1+10。

A.7.2.8 碘化钾溶液：200 g/L。

A.7.3 仪器和设备

原子吸收光谱仪；

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

载气流速：氩气 250 mL/min；

原子化器温度：900 ℃。

A.7.4 分析步骤

A.7.4.1 试样消解

称取约 1.0 g 试样（精确至 0.001 g），置于 250 mL 三角或圆底烧瓶中，加 10 mL~15 mL 硝酸和 2 mL 硫酸溶液，摇匀后用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 5 mL 硝酸-高氯酸混合液，强火加热至溶液至透明无色或微黄色，如仍不透明，放冷后再补加 5 mL 硝酸-高氯酸混合溶液，继续加热至溶液澄清无色或微黄色并产生白烟（避免烧干出现碳化现象），停止加热，放冷后加水 5 mL 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 10 min，放冷后移入 100 mL 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.7.4.2 测定

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

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。

实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 0.1（mg/kg）。

A.8 铅的测定

A.8.1 方法提要

靛蓝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.8.2 试剂和材料

A.8.2.1 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成含铅相应浓度的三个标准溶液。

A.8.2.2 氢氧化钠溶液：1 g/L。

A.8.2.3 硼氢化钠溶液：8 g/L（溶剂为 1 g/L 的氢氧化钠溶液）。

A.8.2.4 盐酸溶液：1+10。

A.8.3 仪器和设备

原子吸收光谱仪；

仪器参考条件：GB 5009.12 中的第三法 火焰原子吸收光谱法。

A.8.4 测定步骤

可直接采用本标准 A.7.4.1 的试样溶液和空白溶液。

按 GB 5009.12 中的第三法 火焰原子吸收光谱法操作。

实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 1.0（mg/kg）。

A.9 钡（以 Ba 计）的测定

A.9.1 方法提要

靛蓝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，进行硫酸钡的浊度限量试验。

A.9.2 试剂和材料

A.9.2.1 硫酸。

A.9.2.2 无水碳酸钠。

A.9.2.3 盐酸溶液：1+3。

A.9.2.4 硫酸溶液：1+19。

A.9.2.5 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1mL含有0.1mg钡（0.1mg/mL）。

A.9.3 分析步骤

A.9.3.1 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汽为止，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.9.3.2 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.9.3.3 测定

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

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：200 g/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：[$c(1/6 K_2Cr_2O_7)=0.1 \text{ mol/L}$]，按GB /T 602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 100 mL 三氯化钛溶液和 75 mL 盐酸，置于 1000 mL 棕色容量瓶中，用新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 3 g（精确至 0.0001 g）硫酸亚铁铵，置于 500 mL 锥形瓶中，在二氧化碳气流保护作用下，加入 50 mL 新煮沸并已冷却的水，使其溶解，再加入 25 mL 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 35 mL 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 25 mL 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：

V_1 —— 重铬酸钾标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

c —— 重铬酸钾标准滴定溶液浓度的数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

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。