中 华 人 民 共 和 国 国 家 标 准

GB ××××—××××

食品安全国家标准
食品添加剂　食用单宁

（征求意见稿）

201×-××-××发布　　201×-××-××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　食用单宁

1　范围

本标准适用于以五倍子为原料，经溶剂乙醇或乙酸乙酯提取、加工制得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，在自然光线下观察其色泽和状态，嗅其气味
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
残留溶剂（乙酸乙酯）[b]/（mg/kg）　≤	25	附录 A 中 A.7

[a] 干燥温度和时间分别为 105 ℃±2 ℃和 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（$FeCl_3 \cdot 6H_2O$）溶液，溶液应变为蓝黑色或有絮状沉淀生成。

A.2.2　沉淀试验

在100 g/L的试样溶液中，加入白蛋白或明胶，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　尼龙6。

A.3.1.2　氨水溶液：量取50 mL氨水，加水稀释定容至1000 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　蒸气浴。

A.3.3　分析步骤

称取约2 g试样（干基，精确至0.0001 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尼龙6，在20℃～25℃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 ℃±2 ℃干燥至恒重的蒸发皿上，蒸气浴蒸干，再在105 ℃±2 ℃下干燥至恒重。干燥器中冷却，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：

$$w_1 = \frac{m - (m_1 - m_0) \times 10}{m} \times 100\% \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots（A.1）$$

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0.0001 g），放入已炽灼至恒重的坩埚中，在电炉上缓缓炽灼至完全炭化，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。然后移入高温炉中，在800℃±25℃下炽灼直至恒重。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w_2，按式（A.2）计算：

$$w_2 = \frac{m_3 - m_2}{m} \times 100\% \quad \cdots\cdots（A.2）$$

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℃～70℃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℃～70℃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　正丙醇：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×30 m），固定相为100%聚二甲基硅氧烷，厚度为0.25 μm，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：5 mL/min。

A.7.3.4　柱温：40 ℃保持10 min，以40 ℃/min升温至240 ℃，保持2 min。

A.7.3.5　进样口温度：200 ℃。

A.7.3.6　检测器温度：240 ℃。

A.7.3.7　进样量：0.5 mL。

A.7.4　参考顶空进样条件

A.7.4.1　试样加热温度：60 ℃。

A.7.4.2　试样加热时间：40 min。

A.7.4.3　注射器温度：85 ℃。

A.7.5　分析步骤

A.7.5.1　内标溶液的制备

称取1 g正丙醇（精确至0.0001 g），加水溶解定容至100 mL，再稀释成0.1 mg/mL的内标溶液，置于顶空瓶中，加盖密封。

A.7.5.2　标准溶液的制备

称取1 g乙酸乙酯标准品（精确至0.0001 g），加内标溶液溶解定容至100 mL，置于顶空瓶中，加盖密封。

A.7.5.3　试样溶液的制备

称取2 g试样（精确至0.0001 g），置于顶空瓶中，加入2 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。

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：

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

式中：

A_s——标准溶液色谱图中正丙醇（内标物）的峰面积值；

c_s——标准溶液中正丙醇（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）的质量分数w_3，按式（A.4）计算：

$$w_3 = \frac{A \times c_i \times f_i}{A_i \times m} \quad \text{（A.4）}$$

式中：

A——试样溶液色谱图中乙酸乙酯的峰面积值；

c_i——试样溶液中正丙醇（内标物）的浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

f_i——校准因子；

A_i——试样溶液色谱图中正丙醇（内标物）的峰面积值；

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算术平均值的2.0 %。