中 华 人 民 共 和 国 国 家 标 准

GBxxxx—xxxx

食品安全国家标准
食品添加剂 黑加仑红

（征求意见稿）

xxxx-xx-xx 发布　　xxxx-xx-xx 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

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 黑加仑红

1 范围

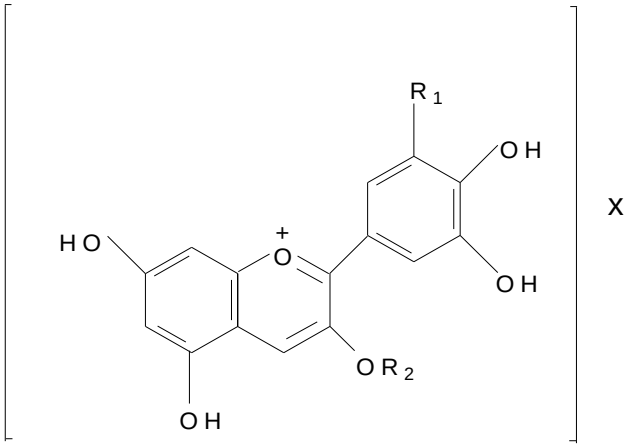
本标准适用于以黑加仑果实或果渣为主要原料，经水或（和）食用乙醇提取、精制等工艺制成的食品添加剂黑加仑红。

2 分子式、结构式

2.1 分子式

矢车菊色素 3-芸香糖苷：$[C_{27}H_{31}O_{15}]^{+}X^{-}$
花翠素 3-芸香糖苷：$[C_{27}H_{31}O_{16}]^{+}X^{-}$
矢车菊色素 3-葡萄糖苷：$[C_{21}H_{21}O_{11}]^{+}X^{-}$
花翠素 3-葡萄糖苷：$[C_{21}H_{21}O_{12}]^{+}X^{-}$
X^{-}为平衡离子。

2.2 结构式



矢车菊色素 3-芸香糖苷：R_1=H, R_2=芸香糖基
花翠素 3-芸香糖苷：R_1=OH, R_2=芸香糖基
矢车菊色素 3-葡萄糖苷：R_1=H, R_2=葡萄糖基
花翠素 3-葡萄糖苷：R_1=OH, R_2=葡萄糖基

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

气味	有轻微特征性气味	取适量试样置于清洁、干燥的烧杯中：在自然光线下，观察其色泽、状态；在无异味环境中，嗅其气味
色泽	暗紫红色	
状态	粉末、液体或粘稠状液体	

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
干燥减量[a]，*w*/% ≤	7.0	GB 5009.3 直接干燥法
色价 $E_{1cm}^{10\%}$ (510 ～ 520) *nm*	符合声称	附录 A 中 A.4
二氧化硫/（mg/kg） ≤	50(以一个色价计进行换算)	附录 A 中 A.5
碱性色素	阴性	附录 A 中 A.6
其他酸性色素	阴性	附录 A 中 A.7
铅（Pb）/（mg/kg） ≤	2	GB 5009.75 或 GB 5009.12
砷（以 As_2O_3 计）/（mg/kg） ≤	4	GB 5009.76 或 GB 5009.11
重金属（以 Pb 计）/（mg/kg） ≤	40	GB 5009.74
[a] 仅适用于粉末产品。		
注：商品化的黑加仑红产品应以符合本标准的黑加仑红为原料，可添加葡聚糖、乳糖或食用糊精等辅料而制成。		

附　录　A

检验方法

A.1　安全提示

本标准的检验方法中使用的部分试剂具有毒性或者腐蚀性，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 规定的三级水。试验中所用标准溶液、制剂和制品，在没有注明其他要求时均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。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.3　鉴别试验

A.3.1　试剂和材料

A.3.1.1　氢氧化钠溶液：43.0 g/L。

A.3.1.2　0.2 mol/L磷酸氢二钠溶液：精确称取磷酸氢二钠（$Na_2HPO_4 \cdot 12H_2O$）71.64 g, 用水溶解并定容至1000 mL。

A.3.1.3　0.1 mol/L 柠檬酸溶液：精确称取柠檬酸（$C_6H_8O_7 \cdot H_2O$）21.01 g，用水溶解并定容至1000 mL。

A.3.1.4　pH 3.0柠檬酸-磷酸氢二钠缓冲溶液：量取0.2 mol/L 磷酸氢二钠溶液41 mL与0.1 mol/L柠檬酸溶液159 mL混合而成。

A.3.1.5　盐酸溶液：0.3%（v/v）。

A.3.1.6　乙酸乙酯。

A.3.1.7　矢车菊色素3-芸香糖苷对照品：纯度≥98%。

A.3.1.8　花翠素3-芸香糖苷对照品：纯度≥98%。

A.3.2　仪器和设备

A.3.2.1　分光光度计。

A.3.2.2　比色皿：1 cm。

A.3.2.3　高效液相色谱仪：配有紫外或二极管阵列检测器。

A.3.3　鉴别方法

A.3.3.1　颜色反应

称取0.1 g试样（精确至0.01 g)，加入50 mL水溶解，剧烈摇动，必要时过滤。溶液应呈红色至紫红色，加入2.0 mL氢氧化钠溶液（A.3.1.1），应变成蓝色或深绿色。

A.3.3.2　吸光度试验

称取 0.1 g试样（精确至 0.001 g），用pH 3.0 柠檬酸-磷酸氢二钠缓冲溶液（A.3.1.4）溶解并稀释定容至 100 mL，将试样溶液注入 1 cm比色皿，以缓冲溶液（A.3.1.4）为空白测定吸光度，此试样溶液在 510 nm～520 nm范围内应有最大吸收峰。剩余试样溶液用于色价的测定。

A.3.3.3　色谱试验

A.3.3.3.1　试样溶液的制备

称取试样0.5 g（精确至0.001 g）溶于盐酸溶液（A.3.1.5），定容至25 mL，用20 mL乙酸乙酯（A.3.1.6）萃取，取下层水相，经0.45 μm滤膜过滤。

A.3.3.3.2　对照品溶液的制备

分别称取矢车菊色素3-芸香糖苷（A.3.1.7）和花翠素3-芸香糖苷（A.3.1.8）各20 mg（精确至0.001 g），溶于盐酸溶液（A.3.1.5），定容至100 mL，经0.45 μm滤膜过滤。

A.3.3.3.3　参考色谱条件

A.3.3.3.3.1 色谱柱：C18反相色谱柱（Φ4.6 mm×250 mm，5 μm），或其它等效的色谱柱。

A.3.3.3.3.2 流动相A：甲酸+水（10+90）。

A.3.3.3.3.3 流动相B：甲酸+水+乙腈（10+75+15）。

A.3.3.3.3.4 柱温：35 ℃。

A.3.3.3.3.5 流速：1.0 mL/min。

A.3.3.3.3.6 检测波长：520 nm。

A.3.3.3.3.7 进样体积：10 μL。

A.3.3.3.4 分析步骤

在A.3.3.3.3参考色谱条件下，矢车菊色素3-芸香糖苷、花翠素3-芸香糖苷对照品溶液和试样溶液分别进样一次。

A.3.3.3.5 结果判定

试样溶液色谱图中二主峰的保留时间应与矢车菊色素3-芸香糖苷和花翠素3-芸香糖苷对照品保留时间一致。

A.4 色价的测定

A.4.1 试剂和材料

pH 3.0柠檬酸-磷酸氢二钠缓冲溶液：同A.3.1.4。

A.4.2 仪器和设备

A.4.2.1 紫外分光光度计。

A.4.2.2 比色皿：1 cm。

A.4.3 分析步骤

将试样溶液（A.3.3.2）注入1 cm比色皿中，以缓冲溶液（A.3.1.4）为空白，用分光光度计于510 nm～520 nm范围内的最大吸收波长处测定吸光度（吸光度值应控制在0.2～0.7之间，否则应调整试样溶液浓度，再重新测定吸光度）。

A.4.4 结果计算

色价以被测试样溶液浓度为10 %、用1 cm比色皿、在510 nm～520 nm范围内的最大吸收波长处测定吸光度 $E_{1cm}^{10\%}(510\sim520)nm$ 计，按式（A.1）计算：

$$E_{1cm}^{10\%}(510\sim520)\text{nm}=\frac{A}{c}\times\frac{10}{100} \qquad \text{（A.1）}$$

式中：

A——被测试样溶液的吸光度；

c——被测试样溶液的浓度，单位为克/毫升（g/mL）；

10/100——浓度换算系数。

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与算术平均值的比值不大于2.5 %。

A.5 二氧化硫的测定

A.5.1 测定方法

采用GB 5009.34测得试样中的二氧化硫总含量，然后按A.5.2中的计算公式换算成以一个色价计的二氧化硫含量。

A.5.2 结果计算

二氧化硫含量是以一个色价产品中的二氧化硫质量分数y计，单位为毫克每千克（mg/kg），按式（A.2）计算：

$$y=\frac{x\times1000}{E_{1cm}^{10\%}(510\sim520)nm} \qquad \text{（A.2）}$$

式中：

x——按照 GB 5009.34 蒸馏法测得的试样中二氧化硫总含量，单位为克每千克（g/kg）；

1000——单位换算系数；

$E_{1cm}^{10\%}(510 \sim 520)nm$ ——被测试样的色价。

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 10%。

A.6 碱性色素的测定

A.6.1 试剂和材料

A.6.1.1 乙醚。

A.6.1.2 氢氧化钠溶液：10 g/L。

A.6.1.3 醋酸溶液：取冰醋酸60 mL，加水稀释并定容至1000 mL。

A.6.2 分析步骤

称取 1 g 试样（精确至 0.01 g），加入氢氧化钠溶液（A.6.1.2）溶解并定容至 100 mL，振摇。量取 30 mL 溶液，加入 15 mL 乙醚萃取，分层后留下乙醚层，用 5 mL 醋酸溶液（A.6.1.3）萃取 2 次。

A.6.3 观察及评定结果

萃取液颜色若为无色，则为阴性。

A.7 其他酸性色素的测定

A.7.1 试剂和材料

A.7.1.1 氨水溶液：量取400 mL氨水（28%），加水并定容至1000 mL。

A.7.1.2 吡啶。

A.7.1.3 浓盐酸。

A.7.1.4 展开剂：吡啶+氨水溶液=2+1（v/v）。

A.7.1.5 氯化亚锡溶液：称取4 g氯化亚锡（$SnCl_2 \cdot 2H_2O$），置于干燥的烧杯中，加40 mL浓盐酸溶解，并加水稀释至100 mL。

A.7.2 分析步骤

称取 1 g 试样（精确至 0.01 g），加入 1 mL 氨水溶液和 10 mL 水溶解，摇匀。取薄层板，在距底边 2 cm 起始线上准确点样 2 μL，挥干溶剂。以吡啶+氨水溶液（A.7.1.4）作为展开剂，用上行法展开，待溶剂前沿展开至距起始线 15 cm 处，取出薄层板，挥干溶剂。

A.7.3 观察及评定结果

在自然光条件下观察薄层板溶剂前沿处，若无斑点则为阴性；若出现斑点，则使用氯化亚锡溶液（A.7.1.5）喷洒，若斑点不褪色则为阳性。