中华人民共和国国家标准

GB 1886.104—××××

食品安全国家标准
食品添加剂 喹啉黄

（征求意见稿）

食品安全国家标准公开征求意见

××××-××-××发布　　××××-××-××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

前　　言

本标准代替GB 1886.104-2015《食品安全国家标准 食品添加剂 喹啉黄》。

本标准与GB 1886.104-2015相比，主要变化如下：

——修改了标准适用范围；

——增加了喹啉黄色素总含量理化指标；

——增加了乙醚萃取物理化指标及检验方法；

——删除了产品分类；

——增加了鉴别试验；

——修改了2-（2-喹啉基）-茚满基-1,3-二酮三磺酸三钠盐、2-（2-喹啉基）-茚满基-1,3-二酮二磺酸二钠盐、2-（2-喹啉基）-茚满基-1,3-二酮单磺酸钠盐含量检验方法的色谱法条件，删除了分光光度法；

——修改了非色素有机物种类、检验方法的色谱条件及定量方法；

——修改了总砷、铅的检验方法。

食品安全国家标准公开征求意见

食品安全国家标准

食品添加剂 喹啉黄

1 范围

本标准适用于以 2-（2-喹啉基）-1,3-茚二酮为原料经磺化制得的食品添加剂喹啉黄。

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	黄色	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光下观察其色泽和状态
状态	粉末或颗粒	

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
喹啉黄色素总含量，*w*/(%)　≥	70.0	附录 A 中 A.3
喹啉黄色素中 2-（2-喹啉基）茚满基-1,3-二酮二磺酸二钠盐/(%)　≥	80.0	附录 A 中 A.4
喹啉黄色素中 2-（2-喹啉基）茚满基-1,3-二酮单磺酸钠盐/(%)　≤	15.0	附录 A 中 A.4
喹啉黄色素中 2-（2-喹啉基）茚满基-1,3-二酮三磺酸三钠盐/(%)　≤	7.0	附录 A 中 A.4
干燥减量、氯化物（以 NaCl 计）及硫酸盐（以 Na_2SO_4 计）总量，*w*/(%)　≤	30.0	附录 A 中 A.5
水不溶物，*w*/(%)　≤	0.20	附录 A 中 A.6
非色素有机物（2-甲基喹啉、邻苯二甲酸、2,6-二甲基喹啉），*w*/(%)　≤	0.50	附录 A 中 A.7
未磺化芳族伯胺（以苯胺计），*w*/(%)　≤	0.01	附录 A 中 A.8
乙醚萃取物/（%）　≤	0.2	附录 A 中 A.9
副染料/(mg/kg)　≤	4.0	附录 A 中 A.10
总砷（以 As 计）/(mg/kg)　≤	1.0	GB 5009.11 或 GB 5009.76

食品安全国家标准公开征求意见

铅（Pb）/(mg/kg)	≤	2.0	GB 5009.12 或 GB 5009.75
锌（Zn）/(mg/kg)	≤	50.0	GB 5009.14

食品安全国家标准公开征求意见

附　录　A
检验方法

A.1　警示

试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作时应小心谨慎。必要时，应在通风橱中进行。如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。

A.2　一般规定

本标准所用试剂和水在未注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品在未注明其他要求时，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.3　鉴别试验

A.3.1　试剂和材料

乙酸铵溶液：1.5 g/L。

A.3.2　仪器和设备

A.3.2.1　分光光度计。

A.3.2.2　比色皿：10 mm。

A.3.3　鉴别方法

A.3.3.1　溶解性

易溶于水，微溶于乙醇。

A.3.3.2　最大吸收波长

称取约0.1 g试样（精确至0.01 g），溶于100 mL乙酸铵溶液中，取此溶液1 mL，加乙酸铵溶液稀释至100 mL，该溶液的最大吸收波长为414 nm±2 nm。

A.4　喹啉黄色素总含量的测定

A.4.1　方法提要

将喹啉黄试样用磷酸盐缓冲溶液（pH≈7）溶解，稀释定容后，在最大吸收波长处（414 nm），测其吸光度计算含量。

A.4.2　试剂和材料

A.4.2.1　磷酸二氢钾。

食品安全国家标准公开征求意见

A.4.2.2　氢氧化钠溶液：0.1 mol/L。

A.4.2.3　磷酸盐缓冲溶液：称取 0.68 g 磷酸二氢钾，加 29.1 mL 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液，用水稀释至 100 mL。

A.4.3　仪器和设备

A.4.3.1　分光光度计。

A.4.3.2　比色皿：10 mm。

A.4.4　分析步骤

A.4.4.1　试样溶液的配制

称取约0.25 g喹啉黄试样（精确至0.0001 g），溶于适量磷酸缓冲溶液中，移入1000 mL容量瓶中，加磷酸盐缓冲溶液稀释至刻度，摇匀。吸取10 mL，移入250 mL容量瓶中，用磷酸盐缓冲溶液稀释至刻度，摇匀，备用。

A.4.4.2　测定

将喹啉黄试样溶液置于10 mm比色皿中，在414 nm波长下测定其吸光度，用磷酸盐缓冲溶液作参比液。

A.4.4.3　结果计算

喹啉黄色素总含量w_1，按式（A.1）计算：

$$w_1=\frac{A\times25\times1000}{865\times m_1\times100}\times100\% \quad \text{（A.1）}$$

式中：

A　——试样溶液的吸光度值；

25　——试样溶液的稀释倍数；

1000——试样溶液定容的体积，单位为毫升（mL）；

865 ——在磷酸盐缓冲溶液中414 nm波长处的百分吸光系数$E_{1cm}^{1\%}$；

m_1　——试样的质量，单位为克（g）；

100 ——换算系数。

计算结果保留到小数点后一位。

喹啉黄色素总含量两次平行测定结果之差的绝对值应不大于1.0 %，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

A.5　喹啉黄色素中喹啉黄单钠盐、喹啉黄二钠盐、喹啉黄三钠盐含量的测定

A.5.1　方法提要

采用高效反相液相色谱法，在十八烷基键合柱上，分离2-（2-喹啉基）-茚满基-1，3-二酮单磺酸钠盐（喹啉黄单钠盐）、2-（2-喹啉基）-茚满基-1，3-二酮二磺酸二钠盐（喹啉黄二钠盐）、2-（2-喹啉基）-茚满基-1，3-二酮三磺酸三钠盐（喹啉黄三钠盐）及其有机杂质，经紫外检测器检测，用峰面积归一化法定量。

食品安全国家标准公开征求意见

A.5.2　试剂和材料

A.5.2.1　甲醇：色谱纯。

A.5.2.2　乙酸铵溶液：0.1 mol/L。

A.5.3　仪器和设备

A.5.3.1　液相色谱仪：配有紫外检测器或二极管阵列检测器。

A.5.3.2　针式过滤器：孔径为 0.45 μm。

A.5.3.3　超声波发生器。

A.5.4　色谱操作条件

A.5.4.1　流动相

流动相A：乙酸铵水溶液与甲醇的体积比为95：5，流动相B：甲醇。

A.5.4.2　色谱柱：长为 150 mm，内径为 4.6 mm 的不锈钢柱，固定相为 C18，粒径 5 μm。

A.5.4.3　流速：1.0 mL/min。

A.5.4.4　检测波长：414 nm。

A.5.4.5　进样量：5 μL。

A.5.4.6　柱温：35 ℃。

A.5.4.7　梯度洗脱：见表 A.1 梯度洗脱程序。

食品安全国家标准公开征求意见

表 A.1　梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0	90	10
30	0	100
31	90	10

A.5.5　分析步骤

A.5.5.1　试样溶液配制

称取试样约0.1 g（精确至0.0001 g），用流动相A溶解，转移至100 mL容量瓶中，于超声波发生器中溶解、脱气，冷却至室温，定容，进样前用针式过滤器过滤。

A.5.5.2　测定

在A.4.4参考色谱条件下，对试样溶液进行色谱分析，确定试样溶液色谱图中各组分对应的峰面积，用面积归一化法定量。

A.5.6　结果计算

2-（2-喹啉基）-茚满基-1，3-二酮二磺酸二钠盐、2-（2-喹啉基）-茚满基-1，3-二酮单磺酸钠盐和2-（2-喹啉基）-茚满基-1，3-二酮三磺酸三钠盐的含量w_i，按式（A.2）计算：

$$w_i=\frac{A_i}{\sum A_i}\times 100\% \quad \text{(A.2)}$$

式中：

A_i ——试样溶液色谱图中 i 组分的峰面积数值；

$\sum A_i$——试样溶液色谱图中全部组分的峰面积数值之和。

计算结果保留到小数点后一位。

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 1.0 %，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

A.6 干燥减量、氯化物（以 NaCl 计）及硫酸盐（以 Na_2SO_4 计）总量的测定

A.6.1 干燥减量的测定

A.6.1.1 分析步骤

称取约 2 g 试样（精确至 0.0001 g），置于已在 135 ℃±2 ℃恒温干燥箱恒重的称量瓶中，在 135 ℃±2 ℃恒温干燥箱中烘至恒重。

A.6.1.2 结果计算

干燥减量的质量分数w_2，按式（A.3）计算：

$$w_2=\frac{m_2-m_3}{m_2-m_4}\times 100\% \quad \text{(A.3)}$$

式中：

m_2——称量瓶和试样的质量，单位为克（g）；

m_3——称量瓶和试样干燥后的质量，单位为克（g）；

m_4——称量瓶的质量，单位为克（g）。

计算结果保留到小数点后一位。

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.2 %，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

食品安全国家标准公开征求意见

A.6.2 氯化物（以NaCl计）的测定

A.6.2.1 试剂和材料

A.6.2.1.1 活性炭粉。

A.6.2.1.2 硝基苯。

A.6.2.1.3 硝酸溶液：1+1。

A.6.2.1.4 硝酸银溶液：0.1 mol/L。

A.6.2.1.5 硫酸铁铵溶液：称取约 14 g 硫酸铁铵，溶于 100 mL 水中，过滤，加 10 mL 硝酸，贮存于棕色瓶中。

A.6.2.1.6 硫氰酸铵标准滴定溶液：c（NH_4CNS）=0.1 mol/L。

A.6.2.2 分析步骤

A.6.2.2.1　试样溶液的配制

称取约2 g试样（精确至0.0001 g），溶于150 mL水中，加约15 g活性炭，温和煮沸2 min~3 min，加入1 mL硝酸溶液，不断摇动均匀，放置30 min（期间不时摇动）。用干燥滤纸过滤。如滤纸有色，则再加5 g活性炭，不时摇动下放置1 h，再用干燥滤纸过滤（如仍有色则更换活性炭重复操作至滤液无色）。每次以10 mL水洗活性炭三次，滤液合并移至200 mL容量瓶，加水至刻度，摇匀。用于氯化物和硫酸盐含量的测定。同时制备空白试样。

A.6.2.2.2　测定

移取50 mL试样溶液，置于500 mL锥形瓶中，加2mL硝酸溶液和10 mL硝酸银溶液及5 mL硝基苯，剧烈摇动至氯化银凝结，加入1 mL硫酸铁铵溶液，用硫氰酸铵标准滴定溶液滴定过量的硝酸银到终点并保持1 min，以同样方法测定空白试样。

A.6.2.2.3　结果计算

氯化物（以NaCl计）的质量分数w_3，按式（A.4）计算：

$$w_3=\frac{(V_1-V_0)\times c_1\times M_1}{m_4\times 250}\times 100\% \qquad (A.4)$$

式中：

V_1 ——滴定空白溶液耗用硫氰酸铵标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ——滴定试样溶液耗用硫氰酸铵标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c_1 ——硫氰酸铵标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

M_1 ——氯化钠的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol），[M_1（NaCl）=58.4]；

m_4 ——试样的质量，单位为克（g）；

250 ——换算系数。

计算结果保留到小数点后一位。

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于0.3 %，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

A.6.3　硫酸盐（以Na_2SO_4计）的测定

A.6.3.1　试剂和材料

A.6.3.1.1　氢氧化钠溶液：2 g/L。

A.6.3.1.2　盐酸溶液：1+1999。

A.6.3.1.3　氯化钡标准滴定溶液：c（1/2$BaCl_2$）=0.1 mol/L（配制方法见附录 C）。

A.6.3.1.4　酚酞指示液：10 g/L。

A.6.3.1.5　玫瑰红酸钠指示液：称取 0.1 g 玫瑰红酸钠，溶于 10 mL 水中（现用现配）。

A.6.3.2　分析步骤

吸取 25 mL 试样溶液（A.5.2.2.1），置于 250 mL 锥形瓶中，加 1 滴酚酞指示液，滴加氢氧化钠溶液呈粉红色，然后滴加盐酸溶液至粉红色消失，摇匀，溶解后在不断摇动下用氯化钡标准滴定溶液滴定，以玫瑰红酸钠指示液作为外指示液，反应液与指示液在滤纸上交汇处呈现玫

食品安全国家标准公开征求意见

瑰红色斑点并保持 2 min 不褪色为终点。

同时做空白试验。

A.6.3.3 结果计算

硫酸盐（以 Na_2SO_4 计）的质量分数 w_4，按式（A.5）计算：

$$w_4=\frac{(V_2-V_3)\times c_2\times M_2}{m_5\times 250}\times 100\% \quad \text{(A.5)}$$

式中：

V_2 ——滴定试样溶液耗用氯化钡标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_3 ——滴定空白溶液耗用氯化钡标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c_2 ——氯化钡标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

M_2 ——硫酸钠的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol），[M_2（Na_2SO_4）=142.04]；

m_5 ——试样的质量，单位为克（g）；

250 ——换算系数。

计算结果保留到小数点后一位。

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于 0.2 %，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

A.6.4 干燥减量、氯化物（以NaCl计）及硫酸盐（以Na_2SO_4计）总量的结果计算

干燥减量、氯化物（以 NaCl 计）及硫酸盐（以 Na_2SO_4 计）的总量 w_5，按式（A.6）计算：

$$w_5=w_2+w_3+w_4 \quad \text{(A.6)}$$

式中：

w_2——干燥减量的质量分数；

w_3——氯化物（以NaCl计）的质量分数；

w_4——硫酸盐（以Na_2SO_4计）的质量分数。

计算结果保留到小数点后一位。

食品安全国家标准公开征求意见

A.7 水不溶物的测定

A.7.1 仪器和设备

A.7.1.1 玻璃砂芯坩埚（G4）：孔径为 5 μm~15 μm。

A.7.1.2 恒温干燥箱。

A.7.2 分析步骤

称取约4.5 g~5.5 g试样（精确至0.0001 g），置于250 mL烧杯中，加入200 mL 80 ℃~90 ℃热水，使之溶解，用已在135 ℃±2 ℃烘至恒重的玻璃砂芯坩埚（G_4）过滤，并用冷水充分洗涤到洗涤液无色，在135 ℃±2 ℃恒温干燥箱中烘至恒重。

A.7.3 结果计算

水不溶物的质量分数w_6，按式（A.7）计算：

$$w_6=\frac{m_6-m_7}{m_6-m_8}\times 100\% \quad \text{(A.7)}$$

式中：

m_6——坩埚和试样的质量，单位为克（g）；

m_7——坩埚和试样干燥后的质量，单位为克（g）；

m_8——坩埚的质量，单位为克（g）。

计算结果保留到小数点后两位。

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于0.05 %，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

A.8 非色素有机物的测定

A.8.1 方法提要

采用反相液相色谱法，用峰面积归外标法进行定量，计算非色素有机物的含量。

A.8.2 试剂与材料

A.8.2.1 甲醇：色谱纯。

A.8.2.2 乙酸。

A.8.2.3 乙酸铵水溶液：0.2 mol/L，乙酸调 pH=5。

A.8.2.4 2-甲基喹啉（CAS 号：91-63-4），含量≥98%。

A.8.2.5 邻苯二甲酸（CAS 号 88-99-3），含量≥99%。

A.8.2.6 2,6-二甲基喹啉（CAS 号 877-43-0），含量≥98%。

A.8.3 仪器和设备

同A.4.3。

A.8.4 色谱操作条件

A.8.4.1 流动相

流动相A：乙酸铵水溶液与甲醇的体积比为95：5，流动相B：甲醇。

A.8.4.2 流动相流量：1.0 mL/min。

A.8.4.3 检测波长：230 nm、254 nm。

A.8.4.4 进样量：5 μL。

A.8.4.5 柱温：35 ℃。

A.8.4.6 梯度洗脱：见表 A.2 梯度洗脱程序。

表 A.2 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0	100	0
5	100	0

食品安全国家标准公开征求意见

25	0	100
30	0	100
31	100	0

A.8.5 分析步骤

A.8.5.1 试样溶液配制

同A.4.5.1。

A.8.5.2 标准溶液配制

A.8.5.2.1 单一标准储备液：1000 mg/L

分别称取2-甲基喹啉、邻苯二甲酸、2,6-二甲基喹啉标准品10 mg（精确至0.01 mg），用流动相A溶解并定容至10 mL容量瓶中，配制成单一标准储备液。单一标准储备液在4℃以下避光密封冷藏保存，有效期为一个月。也可直接购买有证标准溶液。

A.8.5.2.2 混合标准工作液

分别吸取一定量的单一标准储备液（A 7.5.2.1）配制混合标准工作液，可根据试样中目标物的含量配制合适的浓度。

A.8.5.3 测定

在A.7.4参考色谱条件下，对试样溶液和混合标准工作液进行色谱分析，用面积外标法定量。可根据仪器设备不同，选择最佳色谱分析条件。

A.8.6 结果计算

2-甲基喹啉、邻苯二甲酸、2,6-二甲基喹啉的质量分数w_j，按式（A.8）计算：

$$w_j=\frac{c_s\times A_i\times V\times 10^{-6}}{A_s\times m}\times 100\% \quad \text{（A.8）}$$

式中：

w_i——试样中目标物的质量分数，%；

c_s——标准工作溶液中目标物的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

A_i——试样溶液中目标物的峰面积数值；

V——试样溶液定容体积，单位为毫升（mL）；

A_s——标准工作溶液中目标物的峰面积数值；

m——试样的质量数值，单位为克（g）。

10^{-6}——换算系数。

非色素有机物的质量分数 w_7，按式（A.9）计算：

$$w_7=w_8+w_9+w_{10} \quad \text{（A.9）}$$

式中：

W_8——试样中2-甲基喹啉的质量分数；

W_9——试样中邻苯二甲酸的质量分数；

W_{10}——试样中2,6-二甲基喹啉的质量分数。

计算结果保留到小数点后两位。

食品安全国家标准公开征求意见

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于0.1 %，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

A.9 未磺化芳族伯胺（以苯胺计）的测定

A.9.1 方法提要

以乙酸乙酯萃取出试样中未磺化芳族伯胺成分，将萃取液和苯胺标准溶液分别经重氮化和偶合后再测定各自生成染料的吸光度予以比较与判别。

A.9.2 试剂与材料

A.9.2.1 乙酸乙酯。

A.9.2.2 盐酸溶液：1+10。

A.9.2.3 盐酸溶液：1+3。

A.9.2.4 溴化钾溶液：500 g/L。

A.9.2.5 碳酸钠溶液：200 g/L。

A.9.2.6 氢氧化钠溶液：40 g/L。

A.9.2.7 氢氧化钠溶液：4 g/L。

A.9.2.8 R 盐溶液（2-萘酚-3,6 二磺酸二钠盐）：20 g/L。

A.9.2.9 亚硝酸钠溶液：3.52 g/L。

A.9.2.10 苯胺标准溶液：0.1000 g/L。用小烧杯称取 0.5000 g 新蒸馏的苯胺，移至 500 mL 容量瓶中，以 150 mL 盐酸溶液（1+3）分三次洗涤烧杯，并入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。移取 25 mL 该溶液至 250 mL 容量瓶中，用水定容。

A.9.3 仪器和设备

A.9.3.1 可见分光光度计。

A.9.3.2 40 mm 比色皿。

A.9.4 分析步骤

A.9.4.1 试样萃取溶液的配制

称取约2.0 g试样（精确至0.0001 g）于150 mL烧杯中，加100 mL水和5 mL氢氧化钠溶液（40 g/L），在温水浴中搅拌至完全溶解。将此溶液移入分液漏斗中，少量水洗净烧杯。每次以50 mL乙酸乙酯萃取两次，合并萃取液。以10 mL氢氧化钠溶液（4 g/L）洗涤乙酸乙酯萃取液，除去痕量色素。再每次以10 mL盐酸溶液（1+3）对乙酸乙酯溶液反萃取三次。合并该盐酸萃取液，然后用水稀释至100 mL，摇匀。此溶液为试样萃取溶液。

A.9.4.2 标准溶液的制备

食品安全国家标准公开征求意见

分别吸取5 mL、10 mL、15 mL、20 mL、25 mL苯胺标准溶液至100 mL容量瓶中，用盐酸溶液（1+10）稀释至刻度，混合均匀，此为标准溶液。

A.9.4.3 重氮化耦合溶液的制备

吸取10 mL试样萃取溶液，移入透明洁净的试管中，浸入盛有冰水混合物的烧杯内冷却10 min。在试管中加入1 mL溴化钾溶液及0.5 mL亚硝酸钠溶液，稍用力摇匀后仍置于冰水浴中冷却10 min，进行重氮化反应。另取一个25 mL容量瓶移入1 mLR盐溶液和10 mL碳酸钠溶液。将上述试管中的苯胺重氮盐溶液加至盛有R盐溶液的容量瓶中，边加边略振摇容量瓶，用少量水洗净试管并转移至容量瓶中，以水定容。充分混匀后在暗处放置15 min。

A.9.4.4 标准重氮化耦合溶液的制备

分别吸取10 mL A.8.4.2系列标准溶液，其余步骤同A.8.4.3。

A.9.4.5 参比溶液的制备

吸取10 mL盐酸溶液（1+10）、10 mL碳酸钠溶液及1 mL R盐溶液于25 mL容量瓶中，用水定容。

A.9.4.6 测定

将A.8.4.4中系列标准重氮化偶合溶液分别置于比色皿中，在510 nm波长处用分光光度计测定各自的吸光度，以A.8.4.5作参比溶液，绘制成标准曲线。

试样重氮化偶合溶液置于比色皿中，在510 nm波长处用分光光度计测定吸光度A_a，以A.8.4.5作参比溶液，根据标准曲线求出试样中苯胺的质量。

A.9.5 结果计算

未磺化芳族伯胺（以苯胺计）的质量分数w_{11}，按式（A.10）计算：

$$w_{11}=\frac{m_A}{m_9}\times 100\% \qquad (A.10)$$

式中：

m_A——根据标准曲线计算苯胺的质量，单位为克（g）；

m_9——试样的质量，单位为克（g）。

计算结果保留到小数点后两位。

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于0.005 %，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

A.10 乙醚萃取物的测定

A.10.1 试剂与材料

乙醚： 使用前蒸馏，经30cm氧化铝填充柱过滤后使用。

A.10.2 仪器和设备

索氏萃取器。

A.10.3 测定

食品安全国家标准公开征求意见

准确称取2 g（精确至0.0001 g）样品加入索氏萃取器中，加入150 mL乙醚萃取5 h。乙醚萃取液转移至已烘至恒重蒸皿中，浓缩体积至约5 mL，于105 ℃恒温干燥箱中烘至恒重。

A.10.4 结果计算

乙醚萃取物的质量分数w_{12}，按式（A.11）计算：

$$w_{12}=\frac{m_{10}-m_{11}}{m_{12}}\times 100\% \quad \text{（A.11）}$$

式中：

m_{10}——蒸发皿和萃取物的质量，单位为克（g）；

m_{11}——蒸发皿的质量，单位为克（g）；

m_{12}——样品的质量，单位为克（g）。

计算结果保留到小数点后两位。

两次平行测定结果之差的绝对值应不大于0.05 %，取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

A.11 副染料的测定

A.11.1 方法提要

该方法用于2-（2-喹啉基）-1，3-茚二酮和2-[2-（6-甲基喹啉基）]-1，3-茚二酮的测定。

A.11.2 试剂与材料

三氯甲烷。

A.11.3 仪器和设备

A.11.3.1 可见分光光度计。

A.11.3.2 10 mm 比色皿。

A.11.4 分析步骤

A.11.4.1 试样溶液的配制

将A.9.3 表面皿中残渣用三氯甲烷溶解，并准确稀释至10 mL。

A.11.4.2 测定

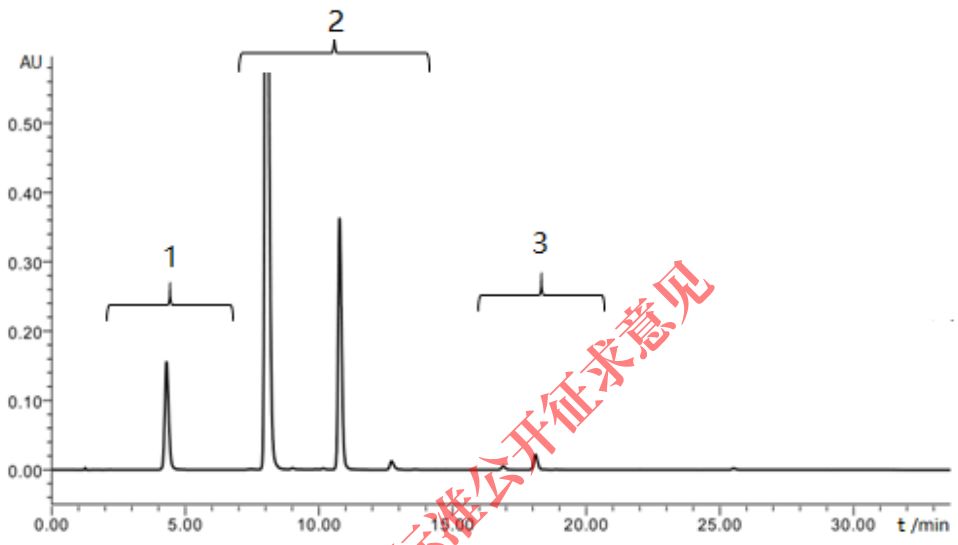
将试样溶液置于比色皿中，于420 nm吸收波长测定吸光度，用三氯甲烷作为参比溶液。当吸光度值小于0.27时，判定为副染料含量小于4 mg/kg。

食品安全国家标准公开征求意见

附　录　B
喹啉黄标准品及非色素有机物高效液相色谱图

B.1　喹啉黄标准品高效液相色谱图

喹啉黄标准品高效液相色谱图见图 B.1。



图B.1 喹啉黄标准品高效液相色谱图

说明：

1—2-（2-喹啉基）-茚满基-1,3-二酮三磺酸三钠盐；

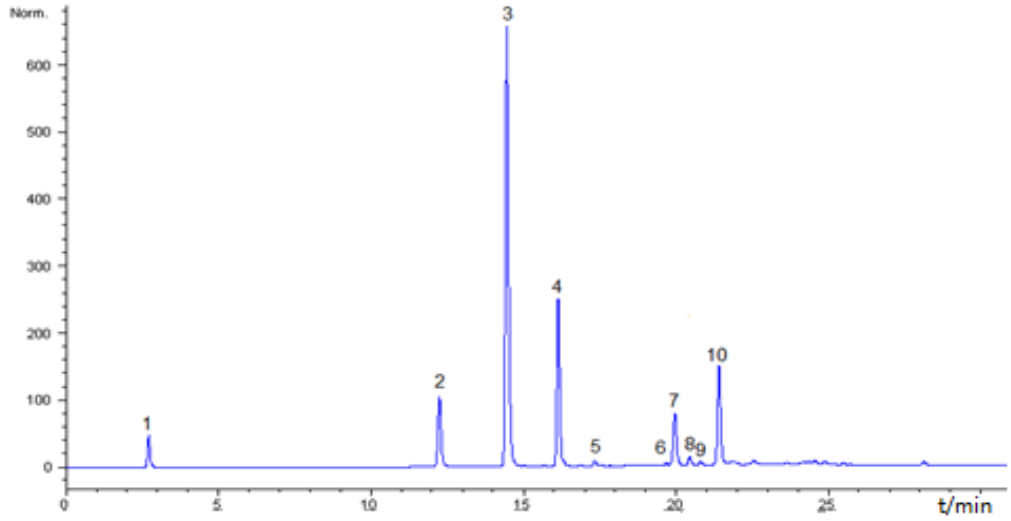
2—2-（2-喹啉基）-茚满基-1,3-二酮二磺酸二钠盐；

3—2-（2-喹啉基）-茚满基-1,3-二酮单磺酸钠盐。

B.2　非色素有机物高效液相色谱图

非色素有机物高效液相色谱图见图B.2。

食品安全国家标准公开征求意见



图B.2 非色素有机物高效液相色谱图

说明：

1—邻苯二甲酸；

2—2-（2-喹啉基）-茚满基-1,3-二酮三磺酸三钠盐；

3—2-（2-喹啉基）-茚满基-1,3-二酮二磺酸二钠盐；

4—2-（2-喹啉基）-茚满基-1,3-二酮二磺酸二钠盐；

5—2-（2-喹啉基）-茚满基-1,3-二酮二磺酸二钠盐；

6—2-（2-喹啉基）-茚满基-1,3-二酮单磺酸钠盐；

7—2-甲基喹啉；

8—2-（2-喹啉基）-茚满基-1,3-二酮单磺酸钠盐；

9—未知物；

10—2,6-二甲基喹啉。

食品安全国家标准公开征求意见

附　录　C
氯化钡标准溶液的配制方法

C.1　试剂和溶液

C.1.1　氯化钡。

C.1.2　氨水。

C.1.3　硫酸标准滴定溶液：c（$1/2H_2SO_4$）=0.1 mol/L。

C.1.4　玫瑰红酸钠指示液：称取0.1 g玫瑰红酸钠，溶于10 mL水中，现用现配。

C.1.5　pH试纸。

C.2　配制

称取12.25g 氯化钡，溶于500 mL水，移入1000 mL容量瓶中，稀释至刻度，摇匀

C.3　标定方法

吸取 20 mL 硫酸标准滴定溶液，置于 250 mL 锥形瓶中，加 50 mL 水，并用氨水中和到 pH 试纸为 8，然后用氯化钡标准滴定溶液滴定，以玫瑰红酸钠指示液作为指示液，反应液与指示液在滤纸上交汇处呈现玫瑰红色斑点且保持 2 min 不褪色为终点。

C.4　结果计算

氯化钡标准滴定溶液的浓度[$c(1/2BaCl_2)$]，单位为摩尔每升（mol/L），按式（C.1）计算：

$$c\ (1/2BaCl_2) = \frac{c_3 \times V_4}{V_5} \qquad \text{(C.1)}$$

式中：

c_3——硫酸标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_4——硫酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_5——消耗氯化钡标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）。

计算结果保留到小数点后四位。

食品安全国家标准公开征求意见