



中华人民共和国国家标准

GB 1886.108—2015

食品安全国家标准

食品添加剂 偶氮甲酰胺

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

食品安全国家标准

食品添加剂 偶氮甲酰胺

1 范围

本标准适用于食品添加剂偶氮甲酰胺。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

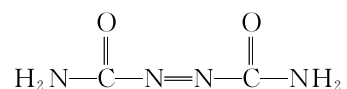
2.1 化学名称

偶氮二甲酰胺、偶氮二酰胺

2.2 分子式



2.3 结构式



2.4 相对分子质量

116.08(按 2007 年国际相对原子质量)

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	黄色至橘红色	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	结晶性粉末	

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
偶氮甲酰胺 (C ₂ H ₄ N ₄ O ₂)含量 (以干基计), w/%	98.6~100.5	附录 A 中 A.3
氮, w/%	47.2~48.7	附录 A 中 A.4
pH	≥ 5	附录 A 中 A.5
干燥减量, w/%	≤ 0.5	GB 5009.3 中减压干燥法 ^a
灼烧残渣, w/%	≤ 0.15	GB/T 9741
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 2.0	GB 5009.12
^a 干燥温度为 50 °C ± 2 °C, 干燥时间为 2 h。		

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 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 和 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 鉴别试验

A.2.1 最大吸收

配制浓度为 35 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的试样溶液,该试样溶液在波长约 245 nm 处有最大吸收。

A.2.2 溶解性及熔融

几乎不溶于水和大多数有机溶剂,微溶于二甲基亚砷。在 180 $^{\circ}\text{C}$ 以上熔融并分解。

A.3 偶氮甲酰胺($\text{C}_2\text{H}_4\text{N}_4\text{O}_2$)含量(以干基计)的测定

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 碘化钾。

A.3.1.2 二甲基亚砷。

A.3.1.3 盐酸溶液:0.5 mol/L。

A.3.1.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1$ mol/L。

A.3.2 分析步骤

称取在 50 $^{\circ}\text{C}$ 下真空干燥 2 h 后的试样约 225 mg,精确至 0.01 mg,放入 250 mL 具玻塞碘量瓶中。加入约 23 mL 二甲基亚砷,洗下可能附于壁上的试样,加塞,在塞子周围盛上 2 mL 该溶剂。偶尔转动一下,至试样完全溶解。去掉瓶塞,使剩余的溶剂连同可能溶解的试样流入烧瓶。用 15 mL 水将 5.0 g 碘化钾洗入烧瓶,随后立即吸取 10 mL 浓度为 0.5 mol/L 的盐酸溶液,移入烧瓶,迅速塞盖。摇动瓶子至碘化钾完全溶解,然后在避光条件下静置 20 min~25 min,用 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至所析出的碘的黄色消失,在 15 min 内如重新出现黄色,则再用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至无色。另取 25 mL 二甲基亚砷、5.0 g 碘化钾、15 mL 水和 5 mL 盐酸溶液进行空白试验。

A.3.3 结果计算

偶氮甲酰胺($\text{C}_2\text{H}_4\text{N}_4\text{O}_2$)含量(以干基计) w_1 ,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{V_1 - V_2}{1\ 000} \times c_1 \times M_1}{m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

V_1 ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_2 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

1 000——换算系数；

c_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

M_1 ——偶氮甲酰胺的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)， $[M_1(\frac{1}{2}C_2H_4N_4O_2)=58.04]$ ；

m_1 ——试样的质量，单位为克(g)。

A.4 氮的测定

A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 硫酸钾。

A.4.1.2 氧化汞。

A.4.1.3 浓盐酸。

A.4.1.4 硫酸。

A.4.1.5 无氨的水。

A.4.1.6 氢氧化钠溶液：50%。

A.4.1.7 硫代硫酸钠溶液：44%。

A.4.1.8 硼酸溶液：4%。

A.4.1.9 硫酸标准滴定溶液： $c(\frac{1}{2}H_2SO_4)=0.05$ mol/L。临用前用水将 0.5 mg/mL 的硫酸标准滴定溶液稀释而成。

A.4.1.10 甲基红-亚甲蓝混合指示液。

A.4.2 分析步骤

称取约 50 mg 试样，精确至 0.01 mg，放入 100 mL 凯氏烧瓶中，加 3 mL 浓盐酸，加热煮解 1.25 h，定期加水以维持原体积。当煮解至终点时加大热量，浓缩至原体积的一半。冷却至室温，加 1.5 g 硫酸钾、3 mL 水和 4.5 mL 硫酸，加热至碘雾不再离析。将混合物冷却，用水将烧瓶边缘冲洗干净，加热至出现炭化，再冷至室温。于碳化物中加 40 mg 氧化汞，加热至溶液呈淡黄色后冷却，用数毫升水冲洗烧瓶内壁，再煮解 3 h，冷却，加 20 mL 无氨的水、16 mL 50% 的氢氧化钠溶液和 5 mL 44% 的硫代硫酸钠溶液。立即将烧瓶接上蒸馏装置，按一般定氮法蒸馏，将馏出液收集于盛有 10 mL 4% 硼酸溶液的接收器中。加数滴甲基红-亚甲蓝混合指示液，用 0.05 mol/L 硫酸标准滴定溶液滴定。同时进行空白试验。

A.4.3 结果计算

氮的质量分数 ω_2 ，按式(A.2)计算：

$$\omega_2 = \frac{V_3 - V_4}{1\ 000} \times c_2 \times M_2}{m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

V_3 ——试样消耗硫酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_4 ——空白试验消耗硫酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

1 000——换算系数；

- c_2 ——硫酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- M_2 ——氮的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), $[M_2(\text{N})=14.0]$;
- m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

A.5 pH 的测定

称取 2 g 试样,加 100 mL 水,剧烈搅拌 5 min,用 pH 计按 GB/T 9724 规定的方法测定。
