



中华人民共和国国家标准

GB 10616—2004
代替 GB 10616—1989

食品添加剂 藻酸丙二醇酯

Food additive—Propylene glycol alginate

2004-04-09 发布

2004-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的全部技术内容为强制性。

本标准修改采用日本食品添加物公定书第七版(1999)《藻酸丙二醇酯》(日文版)。

本标准根据日本食品添加物公定书第七版(1999)重新起草。

考虑到我国国情,在采用日本食品添加物公定书第七版(1999)时,本标准做了一些修改。本标准和日本标准主要差异如下:

- 要求中“性状”改为“外观”,去掉“几乎没有气味”的描述(本标准的 3.1);
- 要求中增加了铅(Pb)含量项目(本标准的 3.2)。这是根据我国对食品添加剂中有害杂质应该进行监控的要求;
- 要求中修改了酯化度、不溶性灰分和砷(As)含量指标(本标准的 3.2)。这样有利于产品质量的提高;
- 试验方法中增加安全提示(本标准的 4.1,4.9.1)。这是为了提醒操作者注意操作安全;
- 酯化度的测定中增加了空白试验的描述(本标准的 4.4.4.2)。这样对分析步骤的描述更清晰;
- 重金属含量的测定用硫化氢作显色剂代替日本标准的硫化钠作显色剂(本标准的 4.8)。

本标准代替 GB 10616—1989《食品添加剂 藻酸丙二醇酯》。

本标准与 GB 10616—1989 相比主要变化如下:

- 要求中酯化度指标由 $\geq 75.0\%$ 改为 $\geq 80.0\%$;不溶性灰分由 $\leq 1.5\%$ 改为 $\leq 1.0\%$;铅(Pb)含量由 $\leq 0.001\%$ 改为 $\leq 0.0005\%$ (1989年版的 3.2,本版的 3.2);
- 将保存期为 9 个月改为保质期为两年(1989年版的 6.4,本版的 6.5)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会(CSBTS/TC 63/SC 2)和中国疾病预防控制中心营养与食品安全所归口。

本标准起草单位:青岛海洋化工有限公司。

本标准主要起草人:张崇岷、陈观元、胡熙美。

本标准于 1989 年 3 月首次发布。

食品添加剂 藻酸丙二醇酯

1 范围

本标准规定了食品添加剂藻酸丙二醇酯的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以食品添加剂海藻酸为基本原料,经酯化反应制得的食品添加剂藻酸丙二醇酯。该产品主要用作乳制品、调味品、酸性饮料及酒类的增稠剂、乳化剂和泡沫稳定剂。

分子式: $(C_9H_{14}O_7)_n$

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版本不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注明日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

- GB/T 191 包装储运图示标志(GB/T 191—2000 eqv ISO 780:1997)
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格及试验方法(neq ISO 3696:1987)
- GB/T 8449 食品添加剂中铅的测定方法
- GB/T 8450 食品添加剂中砷的测定方法
- GB/T 8947 复合塑料编织袋

3 要求

- 3.1 外观:白色或淡黄色粉末。
- 3.2 食品添加剂藻酸丙二醇酯应符合表1所示的技术要求。

表1 技术要求

项 目	指 标
酯化度的质量分数/(%)	≥ 80.0
不溶性灰分的质量分数/(%)	≤ 1.0
加热减量的质量分数/(%)	≤ 20.0
砷(As)的质量分数/(%)	≤ 0.000 2
重金属(以Pb计)的质量分数/(%)	≤ 0.002
铅(Pb)的质量分数/(%)	≤ 0.000 5

4 试验方法

4.1 安全提示

分析中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时应小心谨慎。溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

4.2 一般规定

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—1992 中规定的三级水。

分析中所用的标准滴定溶液、杂质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 之规定制备。

4.3 鉴别试验

4.3.1 试剂

4.3.1.1 乙酸铅溶液:100 g/L。

4.3.1.2 氢氧化钠溶液:100 g/L。

4.3.1.3 硫酸溶液:1→20。

4.3.2 试验溶液的制备

称取约 1 g 实验室样品,加 100 mL 水搅拌溶解,使成糊状液体作为试验溶液 A。

4.3.3 鉴别方法

4.3.3.1 取 5 mL 试验溶液 A,加 5 mL 乙酸铅溶液,应立即凝固成果冻状。

4.3.3.2 取 10 mL 试验溶液 A,加 1 mL 氢氧化钠溶液,在水浴上加热 5 min~6 min,冷却后加 1 mL 硫酸溶液立即凝固成果冻状。

4.3.3.3 取 1 mL 试验溶液 A,加 4 mL 水,激烈振摇则持续产生泡沫。

4.4 酯化度的测定

4.4.1 方法提要

酯化度的质量分数用 100.0 减去游离藻酸含量的质量分数、藻酸钠含量的质量分数及不溶性灰分的质量分数而求得。

4.4.2 结果计算

酯化度的质量分数 W_1 ,数值以%表示,按式(1)计算:

$$W_1 = 100.0 - (W_2 + W_3 + W_4) \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

W_2 ——游离藻酸含量(4.4.3)的质量分数,%;

W_3 ——藻酸钠含量(4.4.4)的质量分数,%;

W_4 ——不溶性灰分(4.5)的质量分数,%。

4.4.3 游离藻酸含量的测定

4.4.3.1 试剂

4.4.3.1.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.02 \text{ mol/L}$ 。

4.4.3.1.2 酚酞指示液:10 g/L 乙醇溶液。

4.4.3.2 分析步骤

称取约 0.5 g 在 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥 4 h 的实验室样品,精确至 0.2 mg,加 200 mL 新煮沸并冷却的水溶解,加 3 滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至粉红色,保持 20 s 不褪色为终点。

同时进行空白试验。

4.4.3.3 结果计算

游离藻酸含量的质量分数 W_2 ,数值以%表示,按式(2)计算:

$$W_2 = \frac{[(V_1 - V_2)/1000]cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V_1 ——试料所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液(4.4.3.1.1)的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液(4.4.3.1.1)的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——藻酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=176$)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.3%。

4.4.4 藻酸钠含量的测定

4.4.4.1 试剂

4.4.4.1.1 硫酸标准溶液: $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=0.05\text{ mol/L}$ 。

4.4.4.1.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$ 。

4.4.4.1.3 甲基红指示液:1 g/L 乙醇溶液。

4.4.4.2 分析步骤

称取约1 g在 $105^\circ\text{C}\pm 2^\circ\text{C}$ 干燥4 h的实验室样品,精确至0.2 mg,置于瓷坩埚内,在电炉上低温炭化至不冒白烟后,转入高温炉,于 $300^\circ\text{C}\sim 400^\circ\text{C}$ 炭化2 h。冷却后,连同坩埚转入烧杯中,加50 mL水,再加20 mL硫酸标准溶液,盖上表面皿在水浴上加热1 h。冷却后用定量滤纸过滤,(滤液有颜色时,应重新称取实验室样品,进行充分的炭化,重复同样的操作),以 $60^\circ\text{C}\sim 70^\circ\text{C}$ 的水冲洗烧杯、坩埚及滤纸上的残留物,直至洗涤液不使石蕊试纸变红。(保留带残留物的滤纸B,用于不溶性灰分的测定)合并洗涤液和滤液,加入2滴甲基红指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由红色变为黄色为终点。

同时进行空白试验。

4.4.4.3 结果计算

藻酸钠含量的质量分数 W_3 ,数值以%表示,按式(3)计算:

$$W_3 = \frac{[(V_0 - V_1)/1000]cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

V_0 ——空白试验所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液(4.4.4.1.2)的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——滤液和洗涤液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液(4.4.4.1.2)的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——藻酸钠的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=198.11$)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.3%。

4.5 不溶性灰分的测定

4.5.1 分析步骤

将4.4.4.2滤纸B置于预先于 $500^\circ\text{C}\pm 50^\circ\text{C}$ 灼烧至质量恒定的坩埚中,烘干后在高温炉内以 $500^\circ\text{C}\pm 50^\circ\text{C}$ 灼烧至质量恒定。

4.5.2 结果计算

不溶性灰分的质量分数 W_4 ,数值以%表示,按式(4)计算:

$$W_4 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_0 ——坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——残渣和坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

4.6 加热减量的测定

4.6.1 分析步骤

称取约 2 g 试样,精确至 0.2 mg,置于预先于 105℃±2℃ 干燥至质量恒定的称量瓶中,于 105℃±2℃ 干燥 4 h,冷却后称量。

4.6.2 结果计算

加热减量的质量分数 W_s ,数值以%表示,按式(5)计算:

$$W_s = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

m ——干燥前试料的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——干燥后试料的质量的数值,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.5%。

4.7 砷含量的测定

按 GB/T 8450 规定的“砷斑法”进行。按“湿法消解”处理样品;测定时量取 10.0 mL 试料消化液(相当于 1.0 g 样品);量取 2.0 mL 砷标准溶液(相当于 2.0 μg As)制备砷限量标准液。

4.8 重金属含量的测定

4.8.1 试剂

4.8.1.1 硫酸。

4.8.1.2 硝酸。

4.8.1.3 乙酸溶液:1→20。

4.8.1.4 盐酸溶液:5→100。

4.8.1.5 氢氧化钠溶液:50 g/L。

4.8.1.6 饱和硫化氢溶液(临用时制备)。

4.8.1.7 铅标准溶液,每毫升相当于 10.0 μg 铅(Pb)。

4.8.1.8 酚酞指示液,10 g/L 乙醇溶液。

4.8.2 分析步骤

4.8.2.1 试样溶液的制备

称取 2 g 试样,精确至 0.01 g,置于坩埚内,加 1.5 mL 硫酸,将试样在电炉上缓缓加热至炭化,于 450℃~550℃ 灼烧 1 h,冷却后再加 1 mL 硫酸,在电炉上进一步炭化,再于 450℃~550℃ 灼烧至炭化。冷却后,加入 5 mL 硝酸,在水浴上蒸发至干。冷却后用少量水溶解,加一滴酚酞指示液,用氢氧化钠溶液调至溶液显粉红色,再用盐酸溶液调至粉红色刚褪,过滤于 50 mL 比色管中,用水洗涤残渣数次,加 0.5 mL 乙酸溶液,加水至 50 mL,为 A 管。

4.8.2.2 铅比较溶液的制备

取一坩埚加 2.5 mL 硫酸,5 mL 硝酸,在水浴上蒸发至干。冷却后用少量水溶解,加一滴酚酞指示液,用氢氧化钠溶液调至溶液显粉红色,再用盐酸溶液调至粉红色刚褪,定量移入 50 mL 比色管中,加入 40.0 μg 铅(Pb)标准溶液及 0.5 mL 乙酸溶液,加水至 50 mL,为 B 管。

4.8.2.3 测定

A、B 两管各加入 10 mL 饱和硫化氢溶液,摇匀,于暗处放置 10 min,在白色背景下观察。A 管所呈暗色不深于或相当 B 管为合格。

4.9 铅含量的测定

4.9.1 警示:本章中使用的部分溶液和试剂对人体有害,应避免吸入或与皮肤接触,使用溶液或试剂的操作应在通风橱中进行。

4.9.2 按 GB/T 8449—1987 中 5.1 的规定进行。按“湿法消解”处理样品;测定时量取 10.0 mL 试料

消化液(相当于1.0 g样品);量取0.5 mL铅标准溶液(相当于5.0 $\mu\text{g Pb}$)制备铅限量标准液。

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目均为出厂检验项目。

5.2 每批产量不超过2 t。

5.3 从每批总包装件数的20%中取样,小批者亦不得少于3箱(桶)。取样时,打开包装分上、中、下三个部位采样,然后将全部试样仔细混匀,以四分法缩分至不少于100 g,分装在两只带磨口塞的瓶内,瓶上粘贴标签,注明生产厂名称、采样日期、采样者姓名、产品名称、批号和取样日期。一瓶供检验用,另一瓶保存6个月以备查。

5.4 食品添加剂藻酸丙二醇酯应由生产检验部门检验,生产厂应保证每批出厂产品均符合本标准的要求。

5.5 检验结果如有一项指标不符合标准要求时,应重新自两倍数量的包装单元中采样进行检验。重新检验后即使有一项指标不符合标准要求,则整批产品不予验收。

6 标志、包装、运输和贮存

6.1 食品添加剂藻酸丙二醇酯包装袋上要有牢固清晰的标志。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、净含量、批号或生产日期、生产许可证号、卫生许可证号及本标准编号、“食品添加剂”字样。

6.2 每批出厂的食品添加剂藻酸丙二醇酯都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、净含量、批号或生产日期、产品符合本标准的证明和本标准编号。

6.3 食品添加剂藻酸丙二醇酯内袋采用聚乙烯袋,外用纸箱或复合塑料编织袋(或铁桶)包装。每件净含量10 kg、15 kg、20 kg或执行协议要求。

6.4 食品添加剂藻酸丙二醇酯在运输和贮存时,保持干燥、避免日晒和受潮,存放时应垫离地面足够距离。不得与有害物质混放,以防止污染。

6.5 食品添加剂藻酸丙二醇酯在符合本标准包装、运输和贮存的条件下,自生产日期起保质期两年。逾期应重新检验是否符合标准要求,合格者可继续使用。
