



中华人民共和国国家标准

GB 1886.185—2016

食品安全国家标准

食品添加剂 琥珀酸单甘油酯

2016-08-31 发布

2017-01-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

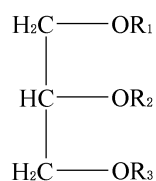
食品安全国家标准

食品添加剂 琥珀酸单甘油酯

1 范围

本标准适用于以甘油与可食用的脂肪或油脂或可食用的脂肪酸进行酯交换或酯化,然后再进行琥珀酰化而制得的食品添加剂琥珀酸单甘油酯。

2 结构式



其中, R_1 , R_2 和 R_3 中一个为琥珀酸基团,一个为脂肪酸基团,其他可以是琥珀酸、脂肪酸或氢。

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	浅米色至白色	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下,观察其色泽和状态
状态	蜡状固体	

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
酸值(以 KOH 计)/(mg/g)	70~120	GB/T 5530 热乙醇测定法 ^a
羟值(以 KOH 计)/(mg/g)	138~152	附录 A 中 A.3
碘值(以 I 计)/(g/100 g)	≤ 3	GB/T 5532 ^b
游离琥珀酸,ω/%	≤ 3	附录 A 中 A.4

表 2 (续)

项 目	指 标	检验方法
结合琥珀酸, $w/\%$	\geq 14.8	附录 A 中 A.4
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq 2.0	GB 5009.12
^a 称样量为 0.1 g。 ^b 称样量为 0.5 g。		

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 溶解性

溶于温甲醇、乙醇和正丙醇。

A.2.2 脂肪酸试验

A.2.2.1 试剂和材料

A.2.2.1.1 己烷。

A.2.2.1.2 氢氧化钾乙醇溶液:28 g/L。

A.2.2.1.3 盐酸溶液:226→1 000。

A.2.2.2 分析步骤

称取 1 g 试样,与 15 mL 氢氧化钾乙醇溶液加热回流 1 h。加 15 mL 水,用约 6 mL 盐酸溶液酸化,有油滴或白色至黄白色固体产生,它可溶于 5 mL 己烷中。分出己烷层,再用 5 mL 己烷萃取一次,合并己烷萃取液,蒸发至干。所得脂肪酸用气相色谱法鉴别,试验结果呈阳性。

A.2.3 琥珀酸试验

A.2.3.1 试剂和材料

A.2.3.1.1 锌粉。

A.2.3.1.2 氯化铵溶液:5 g/L。

A.2.3.1.3 滤纸:用含 5%对二甲基氨基苯甲醛和 20%三氯乙酸的苯溶液润湿。

A.2.3.2 分析步骤

以 A.2.2.2 中水层液作为试样溶液,取 1 滴加入微量试管中,加 1 滴氯化铵溶液和锌粉数毫克。取 1 片滤纸覆盖试管口。用微火焰持续加热试管底部约 1 min。视琥珀酸含量的不同,滤纸上应显现红紫色或粉红色斑点。

A.2.4 丙三醇试验

A.2.4.1 试剂和材料

A.2.4.1.1 氢氧化钙。

A.2.4.1.2 硫酸氢钾。

A.2.4.1.3 氢氧化钠溶液:43 g/L。

A.2.4.1.4 滤纸:用丙烯醛鉴别试剂(5%五氰基亚硝基高铁酸二钠水溶液和20%哌啶水溶液,临用前按1:1配制)润湿。

A.2.4.2 分析步骤

以A.2.2.2中水层液作为试样溶液,取5 mL置于试管中,加入过量的氢氧化钙,置于沸水浴中加热5 min,期间振摇若干次,冷却后过滤。取1滴滤液放于试管内,加约50 mg硫酸氢钾。用滤纸覆盖试管口。用微火焰持续加热试管底部。滤纸应呈现蓝色,表明存在丙三醇。加氢氧化钠溶液后,则转变成淡红色。

A.3 羟值(以KOH计)的测定

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 吡啶:以酚酞为指示剂,用盐酸溶液(1+110)中和。

A.3.1.2 中性正丁醇:以酚酞为指示剂,用氢氧化钾乙醇标准滴定溶液滴定,至出现粉红色且保持15 s不变色。

A.3.1.3 乙酰化剂:乙酸酐与吡啶按1+3混匀,贮存于棕色瓶中。

A.3.1.4 氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液: $c(\text{KOH})=0.5 \text{ mol/L}$ 。

A.3.1.5 酚酞指示液:10 g/L。

A.3.2 分析步骤

称取约2 g试样,精确至0.000 1 g,置于250 mL磨口锥形瓶中,加入5 mL±0.02 mL乙酰化剂,连接冷凝管,在水浴上加热回流1 h。从冷凝管上端加入10 mL水于锥形瓶中,继续加热10 min后,冷却至室温。用15 mL中性正丁醇冲洗冷凝管,拆下冷凝管,再用10 mL中性正丁醇冲洗瓶壁。加入8滴酚酞指示液,用氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色、且维持15s不褪色即为终点。同时进行空白试验。

为校正游离酸,称取约10 g试样,精确至0.01 g。置于锥形瓶中,加入30 mL吡啶,加入5滴酚酞指示液,用氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色。

A.3.3 结果计算

羟值(以KOH计) w_1 ,单位为毫克每克(mg/g),按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times M}{m_1} + \frac{V_2 \times c \times M}{m_0} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

V_0 ——空白试验消耗氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——试样消耗氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氢氧化钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{KOH})=56.1$];

m_1 ——试样的质量,单位为克(g);

V_2 ——校正游离酸消耗氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——校正游离酸测定时试样的质量,单位为克(g)。

A.4 游离琥珀酸和结合琥珀酸的测定

A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 苯。

A.4.1.2 琥珀酸:质量分数大于等于 99.5%,配制滴定溶液前需干燥至质量恒定。

A.4.1.3 氢氧化钠甲醇标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.02 \text{ mol/L}$ 。溶解 4 g 氢氧化钠于 1 000 mL 无水甲醇中,移取 200 mL 该溶液至 1 000 mL 容量瓶中,用无水甲醇稀释并定容,摇匀。以酚酞为指示剂,以琥珀酸的水溶液标定。

A.4.1.4 酚酞指示液:10 g/L。

A.4.2 分析步骤

称取约 125 mg 试样,精确至 0.000 1 g,置于盛有 100 mL 苯的 250 mL 分液漏斗中,用温水加热分液漏斗使试样溶解,作为试样溶液。置 100 mL 苯于另一个分液漏斗中,作为空白溶液。然后均按如下方式处理:冷却漏斗中的物质,加 50 mL 水,翻转漏斗约 20 次,使之混匀。静置 15 min 后移取水层至 125 mL 的锥形瓶中,向分液漏斗中加 10 mL 水,翻转漏斗 5 次,将洗液倒入 125 mL 锥形瓶中。于锥形瓶中加入 5 滴酚酞指示液,用氢氧化钠甲醇标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色、且维持 15 s 不褪色即为终点。对空白溶液做同样处理,并记录净耗用体积,单位为 mL,以 V_1 表示。

将苯层移入 500 mL 圆底烧瓶中,用 10 mL 苯洗涤漏斗。在烧瓶中加入几颗沸石,在约 60 °C 和部分真空下蒸发苯,最好使用薄膜蒸发器,用 10 mL 甲醇溶解烧瓶中的残渣,加 10 mL 水和 5 滴酚酞指示液,用氢氧化钠甲醇标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色、且维持 15 s 不褪色即为终点。对空白溶液做同样处理,并记录净耗用体积,单位为 mL,以 V_2 表示。

A.4.3 结果计算

游离琥珀酸的质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{(V_1/2) \times c \times M}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(\text{A.2})$$

式中:

V_1 ——试验净消耗氢氧化钠甲醇标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠甲醇标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——琥珀酸的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4)=118.1$];

m ——试样的质量,单位为毫克(mg)。

结合琥珀酸的质量分数 w_3 ,按式(A.3)计算:

$$w_3 = \frac{V_2 \times c \times M}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(\text{A.3})$$

式中:

V_2 ——试验净消耗氢氧化钠甲醇标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠甲醇标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——琥珀酸的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_4)=118.1$];

m ——试样的质量,单位为毫克(mg)。