

中华人民共和国国家标准

GB 29951—2013

食品安全国家标准

食品添加剂 柠檬酸脂肪酸甘油酯

2013-11-29 发布

2014-06-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

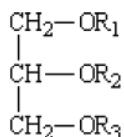
食品安全国家标准

食品添加剂 柠檬酸脂肪酸甘油酯

1 范围

本标准适用于由甘油与柠檬酸和可食用脂肪酸酯化制得、或由可食用脂肪酸的单双甘油酯混合物与柠檬酸反应制得的食品添加剂柠檬酸脂肪酸甘油酯。它由柠檬酸和可食用脂肪酸与甘油的混合酯组成，可含有少量游离脂肪酸、游离甘油、游离柠檬酸和单双甘油酯，可全部或部分被氢氧化钠或氢氧化钾中和。

2 结构式



其中，R₁、R₂和R₃中至少有一个为柠檬酸基团，一个为脂肪酸基团，其他可以是柠檬酸、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	白色至浅棕色	取适量试样置于白瓷盘内，在自然光线下观察其色泽和状态
状态	油状至蜡状	

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
硫酸灰分，w/% ≤	0.5 (未中和产品)	附录A中A.3
	10 (部分或完全中和的产品)	
游离甘油，w/% ≤	4	附录A中A.4
总甘油，w/%	8~33	附录A中A.5
总柠檬酸，w/%	13~50	附录A中A.6
总脂肪酸，w/%	37~81	附录A中A.7
铅 (Pb) / (mg/kg) ≤	2	GB 5009.12

附录 A

检验方法

A. 1 一般规定

本标准除另有规定外，所用试剂的纯度应在分析纯以上，所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，应按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的规定制备，实验用水应符合GB/T 6682—2008中三级水的规定。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

不溶于冷水，可分散于热水，可溶于油脂，不溶于冷乙醇。

A. 3 硫酸灰分的测定

A. 3. 1 分析步骤

称取2 g试样，精确至0.000 1 g，置于已在800 °C±25 °C下灼烧至恒重的坩埚中，加入少量硫酸，缓缓加热，直至试样完全挥发或炭化。继续加热至硫酸蒸汽逸尽，在800 °C±25 °C的高温炉中灼烧至恒重。

A. 3. 2 结果计算

硫酸灰分的质量分数 w_1 按式(A.1)计算：

$$w_1 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \quad (\text{A.1})$$

式中：

m_1 ——灼烧后坩埚和残渣的质量，单位为克(g)；

m_0 ——坩埚的质量，单位为克(g)；

m ——试样的质量，单位为克(g)。

A. 4 游离甘油的测定

A. 4. 1 试剂和溶液

A. 4. 1. 1 冰乙酸。

A. 4. 1. 2 三氯甲烷。

A. 4. 1. 3 高碘酸溶液：将5.4 g高碘酸溶解在100 mL水和1900 mL冰乙酸的混合液中，混匀，避光保存在具塞玻璃瓶中。

A. 4. 1. 4 碘化钾溶液：150 g/L。

A. 4. 1. 5 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

A. 4. 1. 6 淀粉指示液：10 g/L。

A. 4. 2 分析步骤

A. 4. 2. 1 试样溶液的制备

先将试样熔融（温度不超过其熔点10℃），并充分混匀。准确称取1g混匀后的试样，精确至0.001g，置于100mL容量瓶中，加入50mL三氯甲烷使之溶解，再加入25mL水，加塞密闭，强烈震摇30s~60s，然后静置使三氯甲烷与水相分层（如形成乳浊状，则可加冰乙酸3mL或4mL破乳）。使用玻璃虹吸管，将水相转移至另一个100mL容量瓶中。再分别用25mL、25mL和20mL水萃取三氯甲烷溶液3次。将萃取后的水相集中到同一个容量瓶中，加水定容至100mL，混匀，此为试样溶液。

A.4.2.2 测定

准备两个500mL的碘量瓶，分别加入50mL高碘酸溶液。移取50mL试样溶液（A.4.2.1），置于其中一个碘量瓶中。移取50mL水，置于另一个碘量瓶中，做空白试验。分别摇匀后，静置30min~90min。在每个碘量瓶中分别加入20mL碘化钾溶液，小心摇匀后，在暗处静置1min~5min。再分别加入100mL水，用硫代硫酸钠标准滴定溶液分别进行滴定，滴定时用磁力搅拌器搅拌以保持溶液充分混匀。滴定至碘的棕色消退后，分别加入2mL淀粉指示液，继续滴定，至溶液蓝色消退即为滴定终点。

A.4.3 结果计算

游离甘油的质量分数 w_2 按公式（A.2）计算：

$$w_2 = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times M}{m \times (50/100) \times 1000 \times 4} \times 100\% \quad (\text{A.2})$$

式中：

V_0 ——空白滴定消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_1 ——试样水溶液滴定消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——甘油的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）[$M(\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3)=92$]；

m ——试样的质量，单位为克（g）；

50/100——试样溶液的体积比；

1000——体积换算因子；

4——换算因子。

A.5 总甘油的测定

A.5.1 试剂和溶液

A.5.1.1 冰乙酸。

A.5.1.2 三氯甲烷。

A.5.1.3 氢氧化钾-乙醇溶液：0.5 mol/L。

A.5.1.4 高碘酸溶液：溶解5.4g高碘酸在100mL水和1900mL冰乙酸的混合液中，避光保存在具塞玻璃瓶中。

A.5.1.5 碘化钾溶液：150 g/L。

A.5.1.6 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.5.1.7 淀粉指示液：10 g/L。

A.5.2 仪器和设备

A.5.2.1 圆底烧瓶：250mL。

A.5.2.2 回流冷凝器。

A.5.3 分析步骤

A. 5.3.1 试样溶液的制备

称取约 2 g 试样，精确至 0.001 g，置于圆底烧瓶中，加入 50 mL 氢氧化钾-乙醇溶液。将装有混合液的烧瓶与回流冷凝器相连，加热回流 30 min。用 3 份每份为 25 mL 的水将圆底烧瓶中的混合液转移至 1 L 容量瓶中，准确加入 99 mL 三氯甲烷和 25 mL 冰乙酸，再加入约 500 mL 水，剧烈震摇约 1 min。用水稀释至刻度，充分混匀，静置让其分层。分层后得到的水相为试样溶液。

A. 5.3.2 测定

准备两个 400 mL 的烧杯，分别加入 50 mL 高碘酸溶液。移取 50 mL 试样溶液（A.5.3.1），置于其中一个烧杯中。移取 50 mL 水，置于另一个烧杯中，做空白试验。小心摇匀后，盖上玻璃皿，暗处静置 30 min~90 min。在每一个烧杯中分别加入 20 mL 碘化钾溶液，小心摇匀后，静置 1 min~5 min。再分别加入 100 mL 水，用硫代硫酸钠标准滴定溶液分别进行滴定，滴定时用磁力搅拌器搅拌以保持溶液充分混匀。滴定至碘的棕色消退后，分别加入 2 mL 淀粉指示液，继续滴定，至溶液蓝色消退即为滴定终点。

A. 5.4 结果计算

总甘油含量的质量分数 w_3 按公式（A.3）计算：

$$w_3 = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times M}{m \times (50/900) \times 1000 \times 4} \times 100\% \quad (\text{A.3})$$

式中：

V_0 ——空白滴定消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_1 ——试样水溶液滴定消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——甘油的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）[M_1 ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$) = 92]；

m ——试样的质量，单位为克（g）；

50/900——试样溶液的体积比；

1000——体积换算因子；

4——换算因子。

A. 6 总柠檬酸的测定

A. 6.1 原理

用氢氧化钾-乙醇溶液对试样进行皂化，通过萃取去除脂肪酸，试样中的柠檬酸转化成三甲硅烷(TMS)衍生物，采用气相色谱法进行分析。

A. 6.2 试剂和材料

A. 6.2.1 庚烷。

A. 6.2.2 盐酸。

A. 6.2.3 吡啶。

A. 6.2.4 三甲基氯硅烷(TMCS)。

A. 6.2.5 六甲基二硅烷(HMDS)。

A. 6.2.6 N-甲基-N-三甲硅烷基-三氟乙酰胺(MSTFA)。

A. 6.2.7 氢氧化钾-乙醇溶液：0.5 mol/L。

A. 6.2.8 酒石酸溶液：1 mg/mL。

A. 6.2.9 柠檬酸对照溶液：3 mg/mL。

A. 6. 3 仪器和设备

- A. 6. 3. 1 回流冷凝器。
- A. 6. 3. 2 旋转蒸发器。
- A. 6. 3. 3 分液漏斗。
- A. 6. 3. 4 气相色谱仪：配备火焰离子化检测器。

A. 6. 4 分析步骤

A. 6. 4. 1 皂化反应

称取约 1 g 试样，精确至 0.001 g，置于一圆底烧瓶中，加入 25 mL 氢氧化钾-乙醇溶液，将装有混合液的烧瓶与回流冷凝器相连，回流 30 min。用盐酸对混合液进行酸化，然后在旋转蒸发器中对其进行蒸发。

A. 6. 4. 2 萃取

用不超过 50 mL 的水将烧瓶中的蒸发浓缩物（A.6.4.1）定量转移到一个分液漏斗中，用 3 份每份为 50 mL 的庚烷进行萃取，弃去萃取物，将水相层转移至一个 100 mL 的容量瓶中，中和后加水稀释至刻度，混匀后备用。

A. 6. 4. 3 衍生反应

吸取 1 mL 经 A.6.4.2 步骤得到的溶液以及 1 mL 酒石酸溶液，加入到一个 10 mL 带盖的圆底烧瓶中，蒸发至干。加入 1 mL 吡啶、0.2 mL 三甲基氯硅烷(TMCS)、0.4 mL 六甲基二硅烷(HMDS)和 0.1 mL N-甲基-N-三甲硅烷基-三氟乙酰胺(MSTFA)。将烧瓶的盖子盖紧并小心旋转直至溶质全部溶解。将烧瓶置入烘箱中，在 60℃ 下加热 1 h，得到三甲硅烷(TMS)衍生化的试样溶液。

A. 6. 4. 4 气相色谱分析

A. 6. 4. 4. 1 参考气相色谱条件

A. 6. 4. 4. 1. 1 色谱柱：玻璃柱，1.8 m×2 mm（内径），填充料为 10% 的聚二甲基硅氧烷 (DC-200)，载体为红硅藻土 (Q) (180 μm/150 μm)；或其他等同分离效果的色谱柱和色谱条件。

A. 6. 4. 4. 1. 2 柱温：165℃。

A. 6. 4. 4. 1. 3 进样口温度：240℃。

A. 6. 4. 4. 1. 4 检测器温度：240℃。

A. 6. 4. 4. 1. 5 载气：氮气。

A. 6. 4. 4. 1. 6 载体流速：24 mL/min。

A. 6. 4. 4. 1. 7 进样量：5 μL。

A. 6. 4. 4. 2 测定

在A.6.4.4.1参考气相色谱条件下，对试样溶液（A.6.4.3）进行色谱分析，记录色谱图。用1 mL柠檬酸对照溶液代替1 mL的试样溶液，重复上述的衍生反应（A.6.4.3）和气相色谱分析。

A. 6. 5 结果计算

总柠檬酸的质量分数 w_4 按式（A.4）计算：

$$w_4 = \frac{A_{\text{CS}} \times A_{\text{TR}} \times m_{\text{CR}} \times 100}{A_{\text{TS}} \times A_{\text{CR}} \times m} \times 100\% \quad (\text{A.4})$$

式中：

A_{CS} ——试样溶液色谱图中柠檬酸的峰面积值；
 A_{TR} ——柠檬酸对照溶液色谱图中酒石酸的峰面积值；
 m_{CR} ——1mL 柠檬酸对照溶液中柠檬酸的质量，单位为克(g)；
 100——稀释倍数；
 A_{TS} ——试样溶液色谱图中酒石酸的峰面积值；
 A_{CR} ——柠檬酸对照溶液色谱图中柠檬酸的峰面积值；
 m ——试样的质量，单位为克(g)。

A. 7 总脂肪酸的测定

A. 7. 1 试剂和材料

- A. 7. 1. 1 无水硫酸钠。
 - A. 7. 1. 2 盐酸。
 - A. 7. 1. 3 乙醚。
 - A. 7. 1. 4 氯化钠溶液: 100 g/L。
 - A. 7. 1. 5 氢氧化钾-乙醇溶液: 1 mol/L。
 - A. 7. 1. 6 甲基橙指示液: 1 g/L。

A. 7. 2 仪器和设备

- A. 7. 2. 1 分液漏斗。
A. 7. 2. 2 回流冷凝器。

A. 7. 3 分析步骤

称取约 5 g 试样，精确至 0.001 g，置于一个 250 mL 的圆底烧瓶中，加入 50 mL 氢氧化钾-乙醇溶液，在水浴上回流 1 h。用 3 份每份为 25 mL 水将烧瓶中皂化反应后的混合液转移到一个 1L 的分液漏斗中，加入 5 滴甲基橙指示液。小心加入盐酸直至溶液颜色变成鲜红色，然后摇匀，以分离出脂肪酸。用三份每份为 100 mL 乙醚萃取分离出来的脂肪酸。合并萃取液，用 50 mL 氯化钠溶液进行洗脱，直至洗出的氯化钠溶液为中性。用无水硫酸钠干燥试样溶液，过滤。然后在蒸气浴上将滤液中的乙醚蒸发掉，再放置 10 min，称量残留物。

A. 7.4 结果计算

总脂肪酸的质量分数 w_5 按式 (A.5) 计算:

$$w_5 = \frac{m_1}{m} \times 100\% \dots \dots \dots \quad (\text{A.5})$$

式中：

m_1 ——蒸发后残留物的质量, 单位为克 (g);
 m_0 ——试样的质量, 单位为克 (g)。