



中华人民共和国国家标准

GB 1886.57—2016

食品安全国家标准

食品添加剂 单辛酸甘油酯

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 单辛酸甘油酯

1 范围

本标准适用于以辛酸、甘油为原料进行酯化反应后经精制制得的食品添加剂单辛酸甘油酯。

2 分子式、结构式和相对分子质量

2.1 分子式



2.2 结构式



2.3 相对分子质量

218.29(按 2011 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	无色至淡黄色	取适量试样,置于清洁、干燥的玻璃管中,在自然光线下,观察其色泽和状态
状态	常温下液体	

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
单辛酸甘油酯含量, w/%	≥ 80.0	附录 A 中 A.2
游离甘油, w/%	≤ 2.0	附录 A 中 A.3
碘值/(g/100 g)	≤ 2.0	附录 A 中 A.4
游离酸(以辛酸计), w/%	≤ 1.5	附录 A 中 A.5
皂化值(以 KOH 计)/(mg /g)	250~270	GB/T 13481—2011 附录 A 中 A.7 ^a
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 3.0	GB 5009.11
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 2.0	GB 5009.12

^a 称样量为 1.2 g。

附录 A

检验方法

A.1 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 中规定的三级水。

分析中所用标准滴定溶液、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 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 单辛酸甘油酯含量的测定

A.2.1 试剂和材料

A.2.1.1 甘油。

A.2.1.2 冰乙酸。

A.2.1.3 高碘酸-乙酸混合溶液:2.7 g/L。2.7 g 高碘酸溶于 50 mL 水中,然后再加 950 mL 冰乙酸,将溶液避光保存。

同时应符合以下条件:将 0.5 g~0.6 g 甘油溶于 50 mL 水中,加入 50 mL 高碘酸-乙酸混合溶液,另取 50 mL 高碘酸-乙酸混合溶液溶于 50 mL 水中作空白对照。将制备的溶液和空白试剂放置 30 min,然后按照 A.2.2.2 的操作步骤以硫代硫酸钠标准滴定溶液分别滴定。用空白滴定校正后,高碘酸-乙酸混合溶液的滴定比值应在 0.75~0.76。

A.2.1.4 乙酸溶液:5%。

A.2.1.5 三氯甲烷:取两份 50 mL 高碘酸-乙酸混合溶液,分别加入 50 mL 三氯甲烷和 50 mL 水,然后按 A.2.2.2 的操作步骤以硫代硫酸钠标准滴定溶液分别滴定。两者的滴定值之差应不高于 0.5 mL。

A.2.1.6 高氯酸-乙酸混合溶液:10+4.4。10 mL 高氯酸(市售,含量约 70%),加 4.4 mL 冰乙酸,摇匀即成(即配即用)。

A.2.1.7 碘化钾溶液:150 g/L。15 g 碘化钾溶于水,用水定容至 100 mL,贮存于棕色瓶中。

A.2.1.8 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.2.1.9 淀粉指示液:10 g/L。

A.2.2 分析步骤

A.2.2.1 试样制备

试样必须是均质的,如果需要熔化,熔化的温度不应超过其凝固点 10 ℃,过分加热会导致试样的单辛酸甘油酯含量减少。若试样含有游离甘油,这类试样应在激烈搅拌下完全熔化均一后再取样称量。

A.2.2.2 测定

称取约 0.15 g~0.17 g 试样,精确至 0.001 g,将试样溶解在三氯甲烷中,全部转移到 50 mL 容量瓶内,以三氯甲烷定容,充分摇匀,然后全部倒入 250 mL 分液漏斗,并以 50 mL 水分四次冲洗干净器皿,一起并入分液漏斗,加塞塞紧,激烈摇动内容物 1 min(中间倒置排气两次),然后静置 1 h~3 h 至分层,此时有机相须澄清、或稍有混浊(如形成乳化液,不能分离时,可用 50 mL 乙酸溶液代替水重做)。分别

收集有机相溶液和水相溶液。

取 25.00 mL 上有机相溶液于 500 mL 碘量瓶中,加入 25.00 mL 高碘酸-乙酸混合溶液、0.04 mL 高氯酸-乙酸混合溶液,轻摇碘量瓶使混合均匀,暗处放置 30 min,使充分作用(注意:此时溶液温度不得超过 20 ℃,若气温过高,可用冰水隔层冷却)。加入碘化钾溶液 10 mL,振摇混合,避光放置 1 min~5 min。加入 100 mL 冷水,电磁搅拌混合,以硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至水层中碘由棕色至浅黄,加入淀粉指示液 2 mL,继续滴定至蓝色完全消失(注意:应剧烈搅拌,使三氯甲烷层内碘完全转入水层)为止,记录消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积。同时作空白试验。

试样所消耗的硫代硫酸钠标准溶液的体积与空白滴定消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积之比,其值应为 0.8 或稍大些;否则可用一个量小些的试样重新测定。若空白滴定消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积减去试样所消耗的硫代硫酸钠标准溶液的体积少于 2 mL 时,则增加取样量,重新测定。

A.2.3 结果计算

单辛酸甘油酯含量的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times M}{m \times 1000} \times 100\% \quad \text{.....(A.1)}$$

式中:

V_0 ——空白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准确的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——单辛酸甘油酯的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol),[$M(C_{11}H_{22}O_4)=218.29$];

m ——试样的质量,单位为克(g);

1 000——体积换算系数。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准(保留两位小数)。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 1.0%。

A.3 游离甘油的测定

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 高碘酸-乙酸混合溶液:同 A.2.1.3。

A.3.1.2 碘化钾溶液:同 A.2.1.7。

A.3.1.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(Na_2S_2O_3)=0.1\text{ mol/L}$ 。

A.3.1.4 淀粉指示液:10 g/L。

A.3.2 分析步骤

取 A.2.2.2 中水相溶液于 500 mL 碘量瓶中,加入 25.00 mL 高碘酸-乙酸混合溶液静置 30 min~90 min,加入 10.00 mL 的碘化钾溶液,避光放置 1 min~5 min,加入 100 mL 水,磁力搅拌器搅拌下用硫代硫酸钠标准滴定溶液进行滴定,至水层中碘由棕色至浅黄,加淀粉指示液 2 mL,继续滴定至蓝色完全消失为止,记录消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积。同时用 50 mL 水代替 A.2.2.2 中水相溶液作空白试验。

A.3.3 结果计算

游离甘油的质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算:

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

式中：

- V_0 ——空白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准确的浓度,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), $[M(C_3H_8O_3)=92.09]$;
- m ——A.2.2.2 中称取的试样的质量,单位为克(g);
- 4 ——甘油与硫代硫酸钠的换算系数;
- 1 000——体积换算系数。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准(保留两位小数)。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

A.4 碘值的测定

A.4.1 试剂和材料

- A.4.1.1 碘化钾溶液:100 g/L。10 g 碘化钾溶于水,用水定容至 100 mL,贮存于棕色瓶中。
- A.4.1.2 韦氏溶液:取一氯化碘 19.00 g,溶于由 700 mL 冰乙酸和 300 mL 四氯化碳配成的混合液 1 000 mL 中,如溶液不澄清,则过滤。贮于阴凉暗处。配制溶液所用物品和器皿均需干燥。
- A.4.1.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(Na_2S_2O_3)=0.1\text{ mol/L}$ 。
- A.4.1.4 淀粉指示液:10 g/L。

A.4.2 分析步骤

称取约 3 g 试样,精确至 0.001 g,置于 300 mL 具塞玻璃瓶中,加四氯化碳 10 mL,再用移液管吸入韦氏溶液 25 mL,摇匀,塞紧塞子,于阴凉($20^{\circ}\text{C} \sim 25^{\circ}\text{C}$)暗处放置 30 min,加碘化钾溶液 15 mL 和水 100 mL,然后在强烈摇动下用 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至黄色接近消失,加淀粉指示液 1 mL~2 mL,并继续滴定至蓝色消失为止。同时作空白试验。

A.4.3 结果计算

碘值的质量分数 w_3 ,以克每百克(g/100 g)表示,按式(A.3)计算:

$$w_3 = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 0.1269}{m} \times 100 \quad \dots \dots \dots \text{ (A.3)}$$

式中:

- V_0 ——空白试验所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——试样所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准确的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- 0.1269 ——碘原子的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol);
- m ——试样的质量,单位为克(g);
- 100 ——质量换算系数。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准(保留两位小数)。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.2 g/100 g。

A.5 游离酸(以辛酸计)的测定

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.5.1.2 95%乙醇:以酚酞做指示剂,用氢氧化钠溶液中和至淡粉色。

A.5.1.3 酚酞指示液:10 g/L。

A.5.2 分析步骤

称取试样 5 g, 精确至 0.001 g, 置于锥形瓶中, 加 95% 乙醇 50 mL, 加热使其溶解后滴入 2 滴~3 滴酚酞指示液, 立即以氢氧化钠标准滴定溶液滴定至呈微红色, 维持 30 s 不褪色为终点。

A.5.3 结果计算

游离酸(以辛酸计)的质量分数 w_4 ,按式(A.4)计算:

式中：

V ——试样所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液准确的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——辛酸的摩尔质量,单位为克

m ——试样的质量,单位为克(g);

1 000——体积换算系数。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准(保留两位小数)。在重复性条件下获得的两次独立测