

中华人民共和国国家标准

GB 29223—2012

食品安全国家标准

食品添加剂 脱氢乙酸

2012-12-25 发布

2013-01-25 实施

中华人民共和国卫生部发布

食品安全国家标准

食品添加剂 脱氢乙酸

1 范围

本标准适用于双乙烯酮聚合反应制得的食品添加剂脱氢乙酸。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

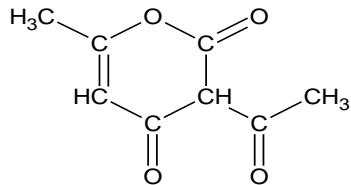
2.1 化学名称

3-乙酰基-6-甲基-脱(2), 4-脱(3)氢二酮

2.2 分子式

$C_8H_8O_4$

2.3 结构式



2.4 相对分子质量

168.15 (按 2007 年国际相对原子质量)

3 技术要求

3.1 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	白色至浅黄色	取适量试样，置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，观察色泽和状态
状 态	粉 末	

3.2 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
脱氢乙酸 ($C_8H_8O_4$) 含量 (以干基计), w/%	98.0~100.5	附录 A 中 A.4

表 2 理化指标（续）

项 目	指 标	检验方法
熔点/°C	109.0~111.0	附录 A 中 A.5
干燥减量, <i>w</i> /%	≤ 1.0	附录 A 中 A.6
灼烧残渣, <i>w</i> /%	≤ 0.1	附录 A 中 A.7
铅(Pb)/ (mg/kg)	≤ 0.5	附录 A 中 A.8

附录 A

检验方法

A. 1 警示

试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况，操作者应采取适当的安全和防护措施。

A. 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—2008中规定的三级水。试验方法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之规定制备；所用溶液在未注明溶剂时，均指水溶液。

A. 3 鉴别试验

A. 3. 1 试剂和溶液

A. 3. 1. 1 乙醇。

A. 3. 1. 2 氢氧化钠溶液：250 g/L。

A. 3. 1. 3 水杨酸乙醇溶液：200 g/L。

A. 3. 1. 4 酒石酸钾钠溶液：140 g/L。

A. 3. 1. 5 乙酸铜溶液：取乙酸铜13.3 g，加300 g/L乙酸溶液5 mL，加水195 mL，摇匀。

A. 3. 2 鉴别方法

A. 3. 2. 1 乙酰基试验：取0.5 g试样，加入氢氧化钠溶液2 mL，水杨酸乙醇溶液3滴，在水浴上加热后呈红色反应。

A. 3. 2. 2 铜盐试验：取0.02 g试样，加入乙醇2 mL溶解，加入酒石酸钾钠溶液3滴，乙酸铜溶液3滴，振荡后有紫白色沉淀形成。

A. 4 脱氢乙酸（C₆H₈O₄）含量（以干基计）的测定

A. 4. 1 方法提要

试样以中性乙醇为溶剂，以酚酞为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定，根据消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积计算脱氢乙酸含量。

A. 4. 2 试剂和材料

A. 4. 2. 1 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

A. 4. 2. 2 中性乙醇：以酚酞指示液为指示剂，用氢氧化钠溶液将95 %乙醇滴至中性。

A. 4. 2. 3 酚酞指示液：10 g/L。

A. 4. 3 分析步骤

称取约0.5 g试样，精确至0.000 2 g，置于锥形瓶中，加入30 mL 中性乙醇溶解，加3滴酚酞指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色，并至少保持30 s不褪色即为终点。

A. 4. 4 结果计算

脱氢乙酸(以C₈H₈O₄计)的质量分数w₁, 按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{(V/1000)cM}{m(1-w_2)} \times 100\% \quad \dots \quad (\text{A.1})$$

式中：

V——试样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的实际浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

1000——换算因子；

m—试样的质量, 单位为克 (g);

M——脱氢乙酸 ($C_8H_8O_4$) 的摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=168.2$);

w_2 —A.6 测定的干燥减量的质量分数, %。

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

A.5 熔点的测定

加热装置可选用高型烧杯：在烧杯中安装固定一蛇形玻璃管，蛇形玻璃管中固定一功率约300 W的电热丝，电热丝与一可调电压器的输出端连接。将烧杯放置在磁力搅拌器上，加热时开动磁力搅拌。其余按GB/T 617—2006中4.1规定进行。

A. 6 干燥减量的测定

A. 6. 1 分析步骤

称取2 g~3 g试样，精确至0.000 2 g，置于预先在105 °C±2 °C干燥至质量恒定的称量瓶中，铺成5 mm以下的层。在80 °C±2 °C的恒温干燥箱中干燥1 h，置于干燥器中冷却30 min称量。

A. 6. 2 结果计算

干燥减量的质量分数 w_2 , 按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A.2})$$

式中：

m — 干燥前试样的质量, 单位为克(g);

m_1 ——干燥后试样的质量，单位为克(g)。

两次平行测定结果的绝对差值不大于0.1 %。

A.7 灼烧残渣的测定

A. 7. 1 测定方法

在已经质量恒定的瓷坩埚中称取约2 g试样，精确至0.000 2 g，先用小火缓缓加热炭化，注意勿使着火，待烟消失后加盖，置高温炉中在510 ℃~600 ℃灼烧灰化，称至质量恒定。

A. 7.2 结果计算

灼烧残渣的质量分数 w_3 , 按式(A.3)计算:

$$w_3 = \frac{m_2}{m_1} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A.3})$$

式中：

m_1 ——灼烧前试样的质量，单位为克(g)；

m_2 ——灼烧后试样的质量，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0.02 %。

A.8 铅(Pb)的测定

称取10.0 g试样，精确至0.001 g，置于瓷坩埚中，加入适量硫酸湿润试样，小心炭化后，加4 mL硝酸和10滴硫酸，小心加热直到白色烟雾挥尽，移入高温炉中，于550 ℃±25 ℃灰化完全。冷后取出。加2 mL硝酸（1+1）溶液，加热使灰分溶解，将试样液转移至50 mL容量瓶中（必要时过滤），并用少量水洗涤坩埚，洗液一并移入容量瓶中，加水至刻度，混匀备用。每5 mL溶液相当于1.0 g试样。其他按GB 5009.12进行。