



中华人民共和国国家标准

GB 29941—2013

食品安全国家标准

食品添加剂 脱乙酰甲壳素（壳聚糖）

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 脱乙酰甲壳素（壳聚糖）

1 范围

本标准适用于以甲壳素或虾、蟹壳为主要原料，经脱钙、脱蛋白、脱乙酰基等工艺加工制得的食品添加剂脱乙酰甲壳素（壳聚糖）。

2 技术要求

2.1 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	白色或微黄色，片状产品有光泽	取适量试样置于白瓷盘内，于光线充足、无异味的环境中，按感官要求逐项检验
状态	片状或粉状	
气味	具有本身固有气味，无异味	

2.2 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
脱乙酰基度，w/%	≥ 85	附录 A 中 A.3
黏度（10 g/L, 20℃）/mPa·s	符合声称	附录 A 中 A.4
水分，w/%	≤ 10.0	GB 5009.3 直接干燥法
灰分，w/%	≤ 1.0	GB 5009.4
酸不溶物，w/%	≤ 1.0	附录 A 中 A.5
pH（10 g/L 溶液）	6.5~8.5	附录 A 中 A.6
无机砷（以 As 计）/（mg/kg）	≤ 1	GB/T 5009.11
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

A. 2. 1 试剂

- A. 2. 1. 1 乙酸溶液：1+99。
- A. 2. 1. 2 甲基橙指示液：1 g/L。
- A. 2. 1. 3 氢氧化钠溶液：40 g/L。

A. 2. 2 鉴别步骤

- A. 2. 2. 1 取1.0 g试样，溶于100 mL乙酸溶液中，滴加几滴甲基橙指示液，溶液显棕黄色。
- A. 2. 2. 2 取1.0 g试样，溶于100 mL乙酸溶液中，滴加10 mL氢氧化钠溶液，溶液显乳白色浑浊，并逐渐形成白色絮状沉淀。

A. 3 脱乙酰基度的测定

A. 3. 1 电位滴定法

A. 3. 1. 1 方法提要

用过量的盐酸溶液溶解脱乙酰甲壳素试样，盐酸与脱乙酰甲壳素中的氨基等摩尔结合后，溶液中含有过量的盐酸。用氢氧化钠溶液滴定时，氢氧化钠首先中和过量的盐酸，溶液pH发生变化，即第一个“突跃”，然后氢氧化钠再中和与脱乙酰甲壳素中氨基结合的盐酸，达到滴定等电点时，溶液pH出现第二个“突跃”，由两个“突跃”之间消耗的氢氧化钠量计算出试样中的氨基含量，从而得到试样的脱乙酰基度。

A. 3. 1. 2 试剂和材料

- A. 3. 1. 2. 1 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。
- A. 3. 1. 2. 2 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

A. 3. 1. 3 仪器和设备

- A. 3. 1. 3. 1 电磁搅拌器。
- A. 3. 1. 3. 2 酸度计或电位滴定仪。

A. 3. 1. 4 分析步骤

A. 3. 1. 4. 1 试样处理

称取于 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 烘干至恒重的试样0.2 g，精确至0.000 1 g，加入30 mL盐酸标准滴定溶液，搅拌

至完全溶解，再加 50 mL 水，混匀。

A. 3. 1. 4. 2 滴定

用氢氧化钠标准滴定溶液滴定 A.3.1.4.1 得到的溶液，测其 pH，每滴加 0.5 mL 记录一次。当滴加至 pH 接近“突跃”时，逐滴滴定，记录氢氧化钠标准滴定溶液的体积和相应的 pH，得到 pH-氢氧化钠标准滴定溶液体积曲线，找出其“突跃”点。记录两次突跃点间所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积数值。

A. 3. 1. 5 结果计算

脱乙酰基度的质量分数 w_1 按公式（A.1）计算：

$$w_1 = \frac{\Delta V \times c_1 \times 10^{-3} \times 16}{m_1 \times 0.0994} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A.1})$$

式中：

ΔV ——二个“突跃”点之间消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

10^{-3} ——单位换算系数；

16——氨基的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

m_1 ——试样质量，单位为克（g）；

0.0994——理论氨基含量（16/161）。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。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算术平均值的 2%。

A. 3. 2 碱量法

A. 3. 2. 1 方法提要

用盐酸溶液溶解试样，溶液中游离的H⁺用氢氧化钠溶液滴定，以甲基橙-苯胺蓝作为滴定终点指示液，通过消耗的氢氧化钠的量计算出试样中的氨基含量，从而得到脱乙酰基度。

A. 3. 2. 2 试剂和材料

A. 3. 2. 2. 1 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

A. 3. 2. 2. 2 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

A. 3. 2. 2. 3 甲基橙-苯胺蓝指示液：甲基橙溶液（1 g/L）与苯胺蓝溶液（1 g/L）以1:2体积比混合。

A. 3. 2. 3 仪器和设备

电磁搅拌器。

A. 3. 2. 4 分析步骤

A. 3. 2. 4. 1 试样处理

称取于105 °C ± 2 °C 烘干至恒重的试样0.2 g，精确至0.0001 g，置于250 mL锥形瓶中，加入30 mL盐酸标准滴定溶液，将锥形瓶置于电磁搅拌器座上。在20 °C~25 °C下搅拌至试样溶解后，加入2滴~3滴甲基橙—苯胺蓝指示液。

A. 3. 2. 4. 2 滴定

用氢氧化钠标准滴定溶液滴定A.3.2.4.1中所得溶液，当锥形瓶中溶液颜色由紫红色变为蓝绿色时，停止滴定。读取所耗氢氧化钠标准滴定溶液体积数值。

A. 3. 2. 5 结果计算

脱乙酰基度的质量分数 w_2 按公式 (A.2) 计算:

$$w_2 = \frac{(c_2 V_2 - c_0 V_0) \times 10^{-3} \times 16}{m_2 \times 0.0994} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A.2})$$

式中：

c_2 —盐酸标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

V_2 ——加入盐酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

c_0 —氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升 (mol/L);

V_0 —滴定用氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

10^{-3} ——单位换算系数；

16—氨基的摩尔质量，单位为克每摩尔 (g/mol)：

m_2 —试样质量, 单位为克 (g);

0.0994—理论氨基含量(16/161)。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。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算术平均值的 5%。

A. 4 黏度的测定

A. 4. 1 试剂和材料

冰乙酸。

A. 4. 2 仪器和设备

旋转式黏度计。

A. 4. 3 分析步骤

在室温 $20\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下，称取于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘干至恒重的试样 3.0 g ，边搅拌边加入到 300 mL 水中，然后加入冰乙酸 3.0 g ，搅拌 1 h 使其充分溶解（如果试样在 1 h 内不能充分溶解，则需延长时间，直至试样充分溶解），在 $20\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下，用旋转式黏度计测定其黏度。

A.5 酸不溶物的测定

A. 5. 1 分析步骤

称取试样2.0 g, 加入400 mL质量分数为1%的乙酸溶液, 搅拌至完全溶解, 用在 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下烘干至恒重并称重的筛网(孔径为0.100 mm)过滤, $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下烘干至恒重。

A. 5. 2 结果计算

酸不溶物的质量分数 w_3 按公式(A.3)计算:

$$w_3 = \frac{m_3 - m_0}{m} \times 100\% \dots \dots \dots \quad (\text{A.3})$$

式中：

m_3 ——烘干后试样与筛网总质量，单位为克（g）；

m_0 ——烘干后筛网质量，单位为克（g）；

m ——试样质量，单位为克（g）。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。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算术平均值的5 %。

A.6 pH的测定

配制浓度为10 g/L的试样溶液，用磁力搅拌器搅拌1 h，然后按GB/T 9724的规定测定试样溶液的pH。
