



中华人民共和国国家标准

GB 29929—2013

食品安全国家标准 食品添加剂 乙酰化二淀粉磷酸酯

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 乙酰化二淀粉磷酸酯

1 范围

本标准适用于以食用淀粉或由生产食用淀粉的原料得到的淀粉乳为原料与磷酸化试剂和乙酰化试剂反应制得的食品添加剂乙酰化二淀粉磷酸酯，以及结合酶处理、酸处理、碱处理、漂白处理和预糊化处理中一种或多种方法加工后的食品添加剂乙酰化二淀粉磷酸酯。

2 技术要求

2.1 原辅料

2.1.1 原料

食用淀粉应符合相关产品的国家标准或行业标准。

2.1.2 辅料

2.1.2.1 应符合相关产品的国家标准或行业标准或相关规定的要求。

2.1.2.2 乙酰化试剂种类及用量符合下列要求之一：

- a) 乙酸酐，不超过淀粉干基质量分数的8.0%；
- b) 乙酸乙烯酯，不超过淀粉干基质量分数的7.5%。

2.1.2.3 磷酸化试剂种类：三偏磷酸钠、三氯氧磷。

2.2 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、类白色或淡黄色	
状 态	呈颗粒状、片状或粉末状，无可见杂质	取试样50 g置于洁净的白瓷盘中，在自然光线下，观察其色泽、状态，嗅其气味
气 味	具有产品固有的气味，无异味	

2.3 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
干燥减量, w/%	谷类淀粉为原料	≤ 15.0	GB/T 12087
	其他单体淀粉为原料	≤ 18.0	
	马铃薯淀粉为原料	≤ 21.0	
总砷(以 As 计) /(mg/kg)	≤	0.5	GB/T 5009.11
铅(Pb) /(mg/kg)	≤	1.0	GB 5009.12
二氧化硫残留/(mg/kg)	≤	30	GB/T 22427.13
乙酰基/(g/100g)	≤	2.5	附录 A 中 A.4
乙酸乙烯酯残留(仅限于用乙酸乙烯酯作为酯化剂) /(mg/kg)	≤	0.1	附录 A 中 A.5
残留磷酸盐(以 P 计) /%	马铃薯或小麦淀粉为原料	≤ 0.14	GB/T 22427.11
	其他原料	≤ 0.04	

附录 A

检验方法

A. 1 安全提示

本标准的检验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作时应小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。

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；所用溶液在未指明溶剂时，均指水溶液。

A. 3 鉴别试验

A. 3. 1 显微镜检测

未经糊化处理保持颗粒结构的乙酰化二淀粉磷酸酯，可直接通过显微镜观察鉴定淀粉颗粒形状，大小和特征。在显微镜的偏振光下，可以观察到典型的偏光十字。

A. 3. 2 碘染色

将1g的试样加入20mL的水中配成悬浮液，滴入几滴碘液，颜色范围应为深蓝色到棕红色。

A. 3. 3 铜还原

A. 3. 3. 1 碱性酒石酸铜试液的配制

A. 3. 3. 1. 1 溶液A：取硫酸铜($CuSO_4 \cdot 5H_2O$) 34.66 g，应无风化或吸潮现象，加水溶解定容到500 mL。将此溶液保存在小型密封的容器中。

A. 3. 3. 1. 2 溶液B：取酒石酸钾钠($KNaC_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$) 173 g与氢氧化钠50 g，加水溶解定容到500 mL。将此溶液保存在小型耐碱腐蚀的容器中。

A. 3. 3. 1. 3 溶液A和溶液B等体积混合，即得碱性酒石酸铜试液。

A. 3. 3. 2 分析步骤

称取试样2.5 g，置于一烧瓶中，加入0.82 mol/L的盐酸溶液10 mL和水70 mL，混合均匀，沸水浴回流3 h，冷却。取0.5 mL冷却溶液，加入5 mL热碱性酒石酸铜试液，产生大量红色沉淀物。

A. 4 乙酰基的测定

A. 4. 1 方法原理

含有乙酰基的淀粉在碱性条件下($pH \geq 8.5$)易皂化，故用过量碱将其皂化，然后用盐酸标准滴定溶液来滴定剩余的碱即可测定出乙酰基的含量。

A. 4. 2 试剂和材料

A. 4. 2. 1 氢氧化钠。

A. 4. 2. 2 盐酸。

A. 4. 2. 3 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

A. 4. 2. 4 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH}) = 0.45 \text{ mol/L}$ 。称取18 g 氢氧化钠, 溶于100 mL无二氧化碳的水中, 摆匀, 转移至1000 mL容量瓶中, 用无二氧化碳的水稀释至刻度, 摆匀。

A. 4. 2. 5 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl}) = 0.2 \text{ mol/L}$ 。量取18 mL 盐酸, 注入1000 mL水中, 摆匀。

A. 4. 2. 6 酚酞指示液: 10 g/L。

A. 4. 3 仪器和设备

机械振荡器。

A. 4. 4 分析步骤

称取5 g 试样, 精确至0.001 g, 置于250 mL 锥形瓶中, 加入50 mL水及3滴酚酞指示液, 混合均匀后用氢氧化钠溶液(A.4.2.3)滴定至微红色, 再加入25.0 mL 氢氧化钠溶液(A.4.2.4), 在机械振荡器上剧烈震荡30 min 进行皂化。

取下瓶塞, 用洗瓶冲洗碘量瓶的塞子及瓶壁, 将已皂化过的含过量碱的溶液用盐酸标准滴定溶液滴定至粉红色消失即为终点, 体积为 V_1 。

以25.0 mL 氢氧化钠溶液(A.4.2.4)为空白, 用盐酸标准滴定溶液滴定的体积为 V_0 。

A. 4. 5 结果计算

乙酰基的质量分数 w_0 , 按公式(A.1)计算:

$$w_0 = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times M}{m \times 1000} \times 100\% \quad (\text{A.1})$$

式中:

V_0 ——空白耗用的盐酸标准滴定溶液体积, 单位为毫升(mL);

V_1 ——样品耗用的盐酸标准滴定溶液体积, 单位为毫升(mL);

c ——盐酸标准滴定溶液的准确浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

M ——乙酰基的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{C}_2\text{H}_3\text{O})=43.03$];

m ——试样质量, 单位为克(g);

1000——换算系数。

A. 5 乙酸乙烯酯残留的测定

A. 5. 1 试剂和材料

A. 5. 1. 1 乙酸乙烯酯。

A. 5. 1. 2 淀粉: 和试样具有相同植物来源的未变性淀粉。

A. 5. 2 仪器和设备

气相色谱仪: 推荐使用配有火焰离子化检测器的色谱仪。

A. 5. 3 色谱柱及典型色谱操作条件

- A. 5. 3. 1 色谱柱：毛细管柱， $60\text{m}\times 0.32\text{mm}$ （内径），充填物为（50%氰丙基）-甲基聚硅氧烷。

A. 5. 3. 2 柱箱温度：程序升温， 40°C 保温5 min，以 $10^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速度升温至 180°C ， 180°C 下保温5 min。

A. 5. 3. 3 进样口温度： 200°C 。

A. 5. 3. 4 检测器温度： 250°C 。

A. 5. 3. 5 载气为氮气（ 1.3 mL/min ）。

也可选择具有等同分离效果的色谱柱及其相应的色谱条件。

A. 5. 4 分析步骤

A. 5. 4. 1 标准溶液的制备

称取150 mg乙酸乙烯酯，精确至0.1 mg，置于100 mL容量瓶中，用水溶解并稀释至刻度。取1 mL配好的溶液放入10 mL容量瓶并用水稀释至刻度。将0.1 mL该稀释溶液加入到装有4 g淀粉并配有隔膜塞的仪器专用瓶中，密封。此溶液中含有15 μ g的乙酸乙烯酯。

A 5.4.2 测定

称取 4 g 试样，精确至 0.001 g，置于配有隔膜塞的仪器专用瓶中，密封。分别将含有试样和标准溶液的专用瓶放入仪器中，在 A.5.3 色谱条件下测定，顶空取样，得到色谱图，根据两张图谱的峰面积计算试样中乙酸乙烯酯的含量。

A. 5. 4. 3 结果计算

乙酸乙烯酯残留 w_1 以 mg/kg 表示, 按公式 (A.2) 计算:

式中：

c—标准溶液中乙酸乙烯酯的浓度，单位为毫克每千克 (mg/kg)；

A_1 —试样中乙酸乙烯酯产生的信号峰面积;

A_2 ——标准溶液中乙酸乙烯酯产生的信号峰面积。