



# 中华人民共和国国家标准

GB 1886.232—2016

食品安全国家标准

食品添加剂 羧甲基纤维素钠

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

## 前　　言

本标准代替 GB 1904—2005《食品添加剂 羧甲基纤维素钠》。

本标准与 GB 1904—2005 相比较,主要变化如下:

- 增加了含量、钠和乙醇酸钠的指标要求;
- 修改了干燥减量、黏度、氯化物(以 NaCl 计)和铅的指标要求;
- 删除了铁、重金属的指标要求。

# 食品安全国家标准

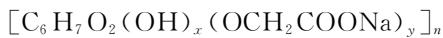
## 食品添加剂 羧甲基纤维素钠

### 1 范围

本标准适用于以纤维素、氢氧化钠及氯乙酸或其钠盐为主要原料制得的食品添加剂羧甲基纤维素钠。

### 2 分子式、结构式和相对分子质量

#### 2.1 分子式



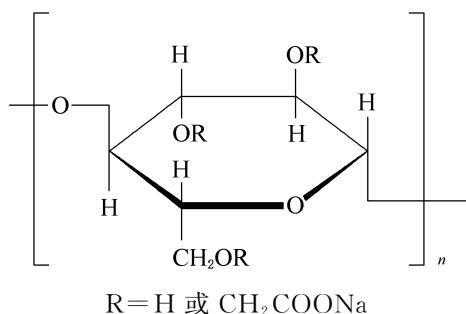
*n*:聚合度

*x*:1.5~2.8

*y*:取代度,0.2~1.5

*x+y*=3.0

#### 2.2 结构式



#### 2.3 相对分子质量

*n* 约为 100 时,>17 000(按 2013 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	白色或微黄色	将适量试样均匀置于白瓷盘内,在自然光线下观察其色泽和状态
状态	纤维状粉末或颗粒状	

### 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
羧甲基纤维素钠含量, w/% ≥	99.5	附录 A 中 A.3
黏度(质量分数为 2% 水溶液) <sup>a</sup> /(mPa · s) ≥	5.0	附录 A 中 A.4
取代度	0.20~1.50	附录 A 中 A.5
pH(10 g/L 水溶液)	6.0~8.5	附录 A 中 A.6
干燥减量, w/% ≤	8.0	GB 5009.3 直接干燥法 <sup>b</sup>
乙醇酸钠, w/% ≤	0.4	附录 A 中 A.7
氯化物(以 NaCl 计), w/% ≤	0.5	附录 A 中 A.8
钠, w/% ≤	12.4	附录 A 中 A.9
砷(As)/(mg/kg) ≤	2.0	GB 5009.76
铅(Pb)/(mg/kg) ≤	2.0	GB 5009.75

<sup>a</sup> 当黏度(质量分数为 2% 水溶液)≥2 000 mPa · s 时应改用质量分数为 1% 水溶液测定。

<sup>b</sup> 干燥温度为 105 ℃±2 ℃, 干燥时间为 2 h。

## 附录 A

### 检验方法

#### A.1 一般规定

本标准除另有规定外,所用试剂的纯度应为分析纯,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,试验用水应符合 GB/T 6682 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 试剂和材料

A.2.1.1 盐酸。

A.2.1.2 碘化钾-碘溶液:取碘 0.5 g 和碘化钾 1.5 g 溶于 25 mL 水中。

A.2.1.3 硫酸铜( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )溶液:20 g/L。

##### A.2.2 试验溶液的制备

取 2 g 试样,置于 100 mL 温热水中,搅拌均匀,继续搅拌至胶状,冷却至室温。

##### A.2.3 鉴别方法

A.2.3.1 取试验溶液约 30 mL,加入 2 滴~3 滴碘化钾-碘溶液,不出现蓝色。

A.2.3.2 取试验溶液约 50 mL,加入 10 mL 硫酸铜溶液,产生绒毛状淡蓝色沉淀。

A.2.3.3 用盐酸湿润铂丝,先在无色火焰上灼烧至无色,再蘸取试验溶液少许,在无色火焰中燃烧,火焰即呈鲜黄色。

#### A.3 羧甲基纤维素钠含量的测定

羧甲基纤维素钠含量等于 100% 减去乙醇酸钠质量分数( $w_1$ )和氯化物质量分数( $w_2$ )。

#### A.4 黏度的测定

##### A.4.1 仪器和设备

A.4.1.1 旋转黏度计:数值式或指针式。

A.4.1.2 玻璃杯:直径约为 90 mm,高度约为 122 mm,上下直径一致,容量约为 500 mL。

A.4.1.3 恒温水浴。

A.4.1.4 机械搅拌器:不锈钢或玻璃制,连接在一个不同负荷下能以 900 r/min ± 100 r/min 旋转的变速电动机上。

##### A.4.2 分析步骤

称取 5.0 g(配制质量分数为 1% 的试验溶液)或 10.0 g(配制质量分数为 2% 的试验溶液)试样,精确

至 1 mg。在玻璃杯内加入 495.0 g(配制质量分数为 1% 的试验溶液)或 490.0 g(配制质量分数为 2% 的试验溶液)水, 将搅拌器放至玻璃杯中, 搅拌叶离杯底 10 mm 左右, 开始搅拌并慢慢加入试样, 调节搅拌速度至  $900 \text{ r/min} \pm 100 \text{ r/min}$ , 搅拌 2 h, 如试样没有彻底溶解, 再延续搅拌 0.5 h, 移开搅拌器, 将玻璃杯放入恒温水浴  $25 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.2 \text{ }^{\circ}\text{C}$  下 1 h, 若溶液未恒至  $25 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.2 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , 需要继续恒温至  $25 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0.2 \text{ }^{\circ}\text{C}$  后, 取出, 手动搅拌 10 s, 用黏度计测黏度。先将黏度计转子浸入试样溶液, 然后启动黏度计, 旋转约 1 min, 待显示值稳定后, 读数。

#### A.4.3 结果计算

#### A.4.3.1 数值式黏度计

直接读数，即为试样的黏度值。

#### A.4.3.2 指针式黏度计

黏度  $\eta$ , 数值以毫帕秒(mPa · s)表示, 按式(A.1)计算:

式中：

S —— 旋转黏度计的指针指示读数, 单位为毫帕秒( $\text{mPa} \cdot \text{s}$ );

$k$  ——测定时选用的转子与转速的系数。

试验结果应注明试验溶液的浓度及所用转子的转子号和转速。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准,在重复性条件下测定的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的5%~10%。

### A.5 取代度的测定

### A.5.1 方法提要

试样经乙醇洗涤去除可溶性盐，干燥并经高温灼烧，残渣为氧化钠，加水溶解生成氢氧化钠，加过量硫酸标准滴定溶液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定过量硫酸，通过计算得到每一个无水葡萄糖单位中羧甲基基团的平均数值，即为取代度。

### A.5.2 试剂和材料

#### A.5.2.1 无水乙醇。

A.5.2.2 乙醇溶液:量取乙醇 90 mL,加水稀释至 100 mL。

A.5.2.3 硫酸标准滴定溶液:  $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.5.2.4 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

#### A 5.2.5 甲基红指示液:1 g/L

### A 5.3 仪器与设备

#### A.5.3.1 玻璃砂坩埚: 濾板孔徑 $15 \mu\text{m} \sim 40 \mu\text{m}$ 。

#### A.5.3.2 瓷坩埚:20 mL~25 mL。

#### A.5.4 分析步骤

称取约 1.5 g 试样, 置于玻璃砂坩埚中, 用预先加热至 50 ℃~70 ℃ 的乙醇溶液洗涤多次(每次加满)

玻璃砂坩埚),直到加1滴铬酸钾溶液和1滴硝酸银溶液的滤液呈砖红色,为洗涤完成,反之应继续洗涤,一般洗涤5次。最后1次用无水乙醇洗涤,将洗涤后的试样移入砂芯坩埚,于120℃±2℃干燥2 h(1 h左右时,将砂芯坩埚内试样轻轻敲松)。加盖移入干燥器内,冷却至室温。称取约1 g试样,精确至0.000 2 g,置于瓷坩埚中,在电炉上炭化至不冒烟,放入300℃高温炉,升温至700℃±25℃,保温15 min,关闭电源,冷却至200℃以下,移入250 mL烧杯内,加100 mL水和50 mL±0.05 mL硫酸标准滴定溶液,将烧杯置于电炉上加热,缓缓沸腾10 min,加2滴~3滴甲基红指示液,冷却,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至红色刚褪。

### A.5.5 结果计算

取代度  $x_{D,S}$ , 按式(A.2)和式(A.3)计算:

$$c_B = \frac{V_1 \times c_1 - V_2 \times c_2}{m} \quad \dots \dots \dots \quad (A.2)$$

$$x_{\text{D.S.}} = \frac{0.162c_{\text{B}}}{1 - 0.080c_{\text{B}}} \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A.3})$$

式中：

$c_B$  ——试样中羧甲基毫摩尔数, 单位为毫摩尔每克( $\text{mmol/g}$ );

$V_1$  ——硫酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$c_1$  ——硫酸标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$V_2$  ——氢氧化钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

$c_{\text{NaOH}}$  —— 氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

*m* ——试样的质量,单位为克(g);

0.162——纤维素中一个葡萄糖单元的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol);

0.080——羧甲基基团的毫摩尔质量,单位为毫每毫摩尔(g/mmol)

计算结果表示到小数点后 2 位。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 6 pH 的测定

用电位法测定或用 pH 试纸测定 10 g/L 试样水溶液的 pH。用电位法测定时按 GB/T 9724 的规定进行,称取约 1.0 g 试样,精确至 0.01 g,加 100 mL 无二氧化碳的水,混合均匀后进行测定。

#### A.7 乙醇酸钠的测定

### A.7.1 试剂和材料

### A.7.1.1 硫酸。

#### A.7.1.2 乙醇酸。

### A.7.1.3 丙酮。

#### A.7.1.4 氯化钠。

#### A.7.1.5 冰乙酸。

A.7.1.6 2,7-二羟基萘溶液:称取2,7-二羟基萘0.1g溶于1000mL浓硫酸中,静置溶液至黄色消失。溶液储存于棕色试剂瓶中,有效期为1个月。

#### A.7.1.7 铝箔纸。

#### A.7.2 仪器和设备

- A.7.2.1 分光光度计。
  - A.7.2.2 电子天平, 精度 0.000 1 g
  - A.7.2.3 水浴锅。
  - A.7.2.4 容量瓶: 25 mL, 100 mL。

### A.7.3 分析步骤

#### A.7.3.1 试样处理

准确称量 0.5 g 试样,加入 100 mL 烧杯,用 5 mL 的冰乙酸彻底浸润,然后加入 5 mL 水,用玻璃棒搅拌直到完全溶解(一般需要 15 min),在搅拌的过程中缓慢加入 50 mL 丙酮,然后添加 1 g 氯化钠,搅拌数分钟,确保羧甲基纤维素钠完全沉淀析出。用定量滤纸过滤,滤纸用少量丙酮湿润,将滤液收集到 100 mL 的容量瓶中。另外用 30 mL 丙酮加快固体的转移和冲洗滤饼,然后用丙酮定容、摇匀。

#### A.7.3.2 乙醇酸标准溶液的配制

准确称取在室温下干燥器中干燥 24 h 的乙醇酸 0.100 g(精确至 1 mg), 置于 100 mL 容量瓶中, 用  
水溶解并稀释至刻度, 此溶液有效期 1 个月。

分别取该溶液 0 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL 分别加入 5 个 100 mL 容量瓶，每个容量瓶加水至总体积为 5 mL，再加 5 mL 冰乙酸，用丙酮定容，记为 1~5 号。

取 2.0 mL 的试样溶液和 1~5 号的标准溶液分别加入 25 mL 容量瓶中, 将未封口的容量瓶置于沸水浴中 20 min 除去丙酮, 然后从沸水浴中移出, 冷却。每个容量瓶中加入 5 mL 2,7-二羟基萘, 混合均匀后再加入 15 mL 2,7-二羟基萘, 混合均匀。用铝箔纸封住每个容量瓶口。将每个容量瓶置于沸水浴中 20 min, 然后移出冷却, 用硫酸定容, 摆匀。

#### A.7.4 制作标准曲线

用分光光度计,以1号溶液为空白对照,使用1 cm的比色皿,在540 nm下测定标准系列溶液吸光度和试样溶液吸光度,制定标准曲线。

### A.7.5 结果计算

乙醇酸钠的质量分数  $w_1$ , 按式(A.4)计算:

$$\varpi_1 = \frac{12.9 \times m_1}{(100 - b) \times m_0} \quad \dots \dots \dots \quad (A.4)$$

式中：

12.9——(乙醇酸钠的摩尔质量/乙醇酸的摩尔质量)×10;

$m_1$  ——在标准曲线中查到的乙醇酸的质量,单位为毫克(mg);

*b* ——干燥减量的质量分数, %;

$m_0$  ——试样质量,单位为克(g)。

## A.8 氯化物的测定

### A.8.1 方法提要

试样溶于水,用硝酸银标准滴定溶液滴定,用电位计指示终点。溶液中加入过氧化氢以降解溶液

黏度。

### A.8.2 试剂与材料

#### A.8.2.1 硝酸。

#### A.8.2.2 过氧化氢。

#### A.8.2.3 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)=0.1 \text{ mol/L}$

### A.8.3 仪器与设备

#### A.8.3.1 电位滴定仪:配银电极和饱和甘汞电极(双盐桥)。

#### A.8.3.2 微量滴定管:10 mL。

#### A.8.4 分析步骤

称取经  $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  干燥 2 h 的 2 g 试样, 精确至 0.000 2 g, 置于 250 mL 烧杯中, 加 100 mL 水和 5 mL 过氧化氢。将烧杯置于蒸汽浴中加热, 间歇搅拌以获得不黏稠的溶液。如果 20 min 后溶液黏度还未完全降解, 再加 5 mL 过氧化氢并加热直到降解完全。冷却烧杯, 加 100 mL 水和 10 mL 硝酸, 置于电位滴定仪的磁力搅拌器上, 用微量滴定管滴加硝酸银标准滴定溶液至电位终点。

### A.8.5 结果计算

氯化物含量(以 NaCl 计)的质量分数  $w_2$  计, 按式(A.5)计算:

式中：

$c$  ——硝酸银标准溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V —— 硝酸银标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

M——氯化钠的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol)( $M=0.058\ 45$ );

*m* ——试样的质量, 单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后一位。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 0.06 %。

### A 9 钠的测定

钠的质量分数  $\gamma_{\text{Na}}$ , 按式(A 6)计算:

$$w_3 = \frac{0.023 \times x_{\text{D.S.}}}{0.162 + 0.080x_{\text{D.S.}}} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A.6})$$

式中：

$x_{DS}$  ——试样的取代度;

0.023——钠的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol);

0.162——纤维素中一个葡萄糖单元的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol);

0.080——羧甲基钠基团的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol)。