



中华人民共和国国家标准

GB 1886.65—2015

食品安全国家标准

食品添加剂 单,双甘油脂肪酸酯

2015-09-22 发布

2016-03-22 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

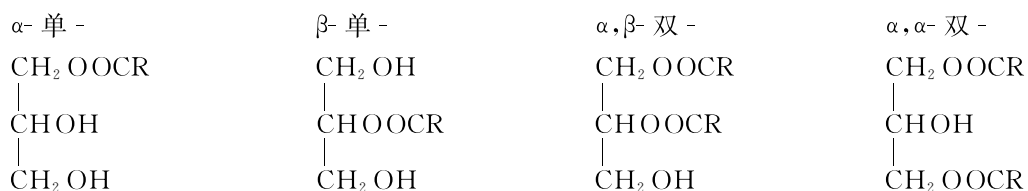
食品安全国家标准

食品添加剂 单,双甘油脂肪酸酯

1 范围

本标准适用于以饱和或不饱和脂肪酸或油脂与甘油反应生成的,经过或不经过分离提纯等加工得到的食品添加剂单,双甘油脂肪酸酯(油酸、亚油酸、亚麻酸、棕榈酸、山嵛酸、硬脂酸、月桂酸)。

2 结构式



其中:-OCR 表示脂肪酸基团。

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	乳白色、淡黄色或黄色至浅棕色	取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下,观察其色泽和状态
状态	黏性液体、膏体、固体或粉末状固体	

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
总单甘油脂肪酸酯	符合声称	附录 A 中 A.3
水分, w/%	≤ 2.0	GB 5009.3 中卡尔·费休法
游离甘油, w/%	≤ 7.0	附录 A 中 A.3
酸值(以 KOH 计)/(mg/g)	≤ 6.0	附录 A 中 A.4

表 2 (续)

项 目	指 标	检验方法
皂质(以油酸钠计), $\omega/\%$	≤ 6.0	附录 A 中 A.5
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 2.0	GB 5009.75

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或高于分析纯,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 和 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

试样不溶于水,可溶于乙醇、三氯甲烷或苯。

A.3 总单甘油脂肪酸酯和游离甘油的测定

A.3.1 方法提要

由于单、双甘油脂肪酸酯的沸点很高,不能直接进入色谱柱,否则会堵塞色谱柱。在本方法中,通过单、双甘油脂肪酸酯和硅烷化试剂(BSTFA、TMCS)进行化学衍生化反应,形成挥发性硅烷化衍生物,降低了沸点,就可以通过气相色谱进行分析。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 吡啶。

A.3.2.2 十四烷。

A.3.2.3 *N,O*-双三甲基硅三氟乙酰胺(BSTFA)。

A.3.2.4 三甲基氯硅烷(TMCS)。

A.3.2.5 甘油标准品。

A.3.2.6 单甘油油酸酯、单甘油亚油酸酯、单甘油亚麻酸酯、单甘油棕榈酸酯、单甘油山嵛酸酯、单甘油硬脂酸酯、单甘油月桂酸酯标准品:纯度不低于 99%。

注:不同的产品应选用对应单甘油脂肪酸酯标准品试验。

A.3.3 仪器和设备

A.3.3.1 气相色谱仪。

A.3.3.2 色谱柱:填料为 5% 苯基,1% 乙烯基-甲基聚硅氧烷,柱长 30 m,内径 0.25 mm,涂膜厚度 0.25 μm 。或等效色谱柱。

A.3.3.3 氢火焰离子化检测器(FID)。

A.3.4 参考色谱条件

A.3.4.1 柱温:初温 120 $^{\circ}\text{C}$,以 15 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温至 340 $^{\circ}\text{C}$,并维持 30 min。

A.3.4.2 进样口温度:320 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.3.4.3 检测器温度:350 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.3.4.4 载气:氮气。

- A.3.4.5 载气流速:1 mL/min。
 A.3.4.6 氢气:60 mL/min。
 A.3.4.7 空气:500 mL/min。
 A.3.4.8 分流比:1:10~1:50。
 A.3.4.9 进样量:1 μL~5 μL。

A.3.5 分析步骤

A.3.5.1 标样的制备

准确称取十四烷(内标物)和相应标准品各 100 mg,置于 10 mL 容量瓶中,以吡啶定容后作为标样溶液。标准品包含甘油和待测物对应的单甘油脂肪酸酯。精确量取 0.10 mL 标样溶液到 2.5 mL 螺旋盖样品瓶,加 0.1 mL TMCS 和 0.2 mL BSTFA 后猛烈摇匀,置于 70 °C 烘箱中反应 20 min,得到标样。

A.3.5.2 试样液的制备

准确称取 100 mg 十四烷(内标物)和 600 mg 试样,置于 10 mL 容量瓶中,以吡啶定容。精确量取 0.10 mL 此溶液到 2.5 mL 螺旋盖样品瓶,加 0.1 mL TMCS 和 0.2 mL BSTFA 后猛烈摇匀,置于 70 °C 烘箱中反应 20 min,得到待测试样液。

A.3.5.3 测定

在 A.3.4 条件下,进标样和待测试样液进行测定。

A.3.6 结果计算

A.3.6.1 反应因子 R 的计算

反应因子 R ,按式(A.1)计算:

$$R = \frac{A_s \times m_d}{A_d \times m_s} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

- A_s —— 标样峰面积;
 m_d —— 内标物的质量,单位为克(g);
 A_d —— 内标物峰面积;
 m_s —— 标样的质量,单位为克(g)。

A.3.6.2 待测组分质量分数的计算

待测组分的质量分数 w_i ,按式(A.2)计算:

$$w_i = \frac{m_d \times A_i}{m \times A_d \times R} \times 100\% \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

- m_d —— 内标物的质量,单位为克(g);
 A_i —— 待测组分峰面积;
 m —— 试样的质量,单位为克(g);
 A_d —— 内标物峰面积;
 R —— 反应因子。

通过式(A.1)和式(A.2)可以分别计算出总单甘油脂肪酸酯和游离甘油的质量分数。

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 酸值(以 KOH 计)的测定

A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 95%乙醇。

A.4.1.2 氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液： $c(\text{KOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.4.1.3 酚酞指示液： 10 g/L 。

A.4.2 分析步骤

称取试样 5 g, 精确至 0.001 g, 置于一个 500 mL 锥形瓶中, 加入 75 mL~100 mL 中性热乙醇(在加热后的 95%乙醇中加入 2 mL 酚酞指示液, 用氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液中和至微红色, 并保持 30 s 不褪色), 使试样完全溶解。对于一些不易溶的样品, 可使用中性的乙醚-乙醇混合液(1+1)或者石油精-乙醇(1+1)混合液进行溶解。加入 0.5 mL 酚酞指示液, 立即用氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液滴定, 滴定至溶液呈微红色并维持 30 s 不褪色即为滴定终点。

A.4.3 结果计算

酸值(以 KOH 计)的质量分数 w_2 , 以毫克每克(mg/g)计, 按式(A.3)计算:

$$w_2 = \frac{V \times c \times M}{m} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

V ——试样所消耗氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氢氧化钾的摩尔质量, 单位为毫克每毫摩尔(mg/mmol), [$M(\text{KOH})=56.1$];

m ——试样的质量, 单位为克(g)。

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 10%。

A.5 皂质(以油酸钠计)的测定

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 丙酮。

A.5.1.2 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.5.1.3 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.5.1.4 溴酚蓝指示液： 0.4 g/L 。

A.5.2 分析步骤

称取试样 10 g, 精确至 0.001 g, 加入预先用盐酸标准滴定溶液或氢氧化钠标准滴定溶液调节至中性的混合溶液(由 60 mL 丙酮和 0.15 mL 溴酚蓝指示液相混合)中, 在水浴中温热至试样完全溶解。用盐酸标准滴定溶液进行滴定, 滴定至溶液蓝色褪去, 静置 20 min, 期间若溶液有固体试样析出, 则需再次水浴温热至试样完全溶解。若溶液蓝色再次出现, 则需继续用盐酸标准滴定溶液滴定溶液至中性。

A.5.3 结果计算

皂质(以油酸钠计)的质量分数 w_3 ,按式(A.4)计算:

$$w_3 = \frac{V \times c \times M}{m \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

V ——试样滴定消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——盐酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——油酸钠的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), $[M(C_{18}H_{33}O_2Na) = 304]$;

m ——试样的质量,单位为克(g);

1 000——体积换算因子。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过 0.1%。