

中华人民共和国国家标准

GB 25539—2010

---

食品安全国家标准  
食品添加剂 双乙酰酒石酸单双甘油酯

2010-12-21 发布

2011-02-21 实施

---

中华人民共和国卫生部 发布

## 前 言

本标准的附录A为规范性附录。

# 食品安全国家标准

## 食品添加剂 双乙酰酒石酸单双甘油酯

### 1 范围

本标准适用于由双乙酰酒石酸酐与单、双脂肪酸甘油酯反应制得食品添加剂双乙酰酒石酸单双甘油酯。

### 2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

### 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	浅黄或乳白色	取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘或烧杯中，在自然光线下，观察其色泽和组织状态，并嗅其味。
气味	有乙酸味	
组织状态	室温下，液态、膏状或蜡状固体（片状或粉状）	

#### 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
总酒石酸, w/%	10~40	附录 A 中 A.3
总甘油, w/%	11~28	附录 A 中 A.4
总乙酸, w/%	8~32	附录 A 中 A.5
游离甘油, w/%	≤ 2.0	附录 A 中 A.6
灼烧残渣, w/%	≤ 0.5	GB/T 9741 <sup>a</sup>
铅 (Pb) / (mg/kg)	≤ 2	GB 5009.12
酸值 (以 KOH 计) / (mg/g)	符合声称	附录 A 中 A.7
皂化值 (以 KOH 计) / (mg/g)	符合声称	附录 A 中 A.8

<sup>a</sup> 样品称样量约 5 g。

## 附录 A

## (规范性附录)

## 检验方法

## A.1 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中规定的水。分析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、GB/T 603的规定制备。本试验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) 乙醇。
- b) 乙酸铅试液: 称取9.5g乙酸铅结晶 $[\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ , 溶于刚煮沸后冷却的水中, 并定容至100mL。

## A.2.2 测定

称取 0.5g 样品, 溶于 10mL 乙醇中, 滴加乙酸铅试液, 应生成白色絮状几乎不溶于水的沉淀。

## A.3 总酒石酸的测定

## A.3.1 试剂和材料

- a) 三氯甲烷(氯仿)。
- b) 酒石酸。
- c) 乙酸。
- d) 偏钒酸钠溶液: 50g/L。
- e) 氢氧化钾溶液: 0.5mol/L。
- f) 磷酸溶液: 1+4。
- g) 酚酞指示液: 10g/L。

## A.3.2 仪器和设备

- a) 分光光度计或装有520nm过滤器的光电比色计。
- b) 长度为65cm以上的空气冷凝器。

## A.3.3 分析步骤

## A.3.3.1 标准曲线的绘制

称取约 0.1g 酒石酸(精确至 0.001g), 用水溶解并定容至 100mL, 混匀。准确吸取 0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL、6.0mL 该溶液, 分别置于 25mL 比色管中, 然后分别加水定容至 10mL。向每个比色管中加入 4.0mL 新鲜配制的偏钒酸钠溶液和 1.0mL 乙酸。将空白样的吸光度设置为零, 测定上述酒石酸溶液在 520nm 波长处的吸光度(注: 在显色后 10min 内测定这些溶液)。

将获得的数据, 以吸光度为纵坐标, 对应酒石酸的质量(单位为 mg)为横坐标, 绘制标准曲线。

## A.3.3.2 试样液的制备

称取约 4g 试样(精确至 0.001g), 转移至一个 250 mL 的锥形瓶中, 加入 80mL 浓度为 0.5mol/L 的氢氧化钾溶液和 0.5mL 酚酞指示液。将一个长度为 65cm 以上的空气冷凝器连接到锥形瓶上, 然

后将混合物置于加热板上加热大约 2.5h。趁热加入磷酸溶液直到刚果红试纸呈明显酸性。重新连接空气冷凝器并加热到脂肪酸液化并变得澄清。待混合物冷却后，加入少量水和氯仿，将混合物转移到一个 250mL 的分液漏斗-1 中，用氯仿提取游离的脂肪酸，每次用 25mL，连续 3 次。将萃出液集中于另一个分液漏斗-2 中，用水洗涤分液漏斗-2 中的萃出液，每次用 25mL，连续 3 次，将洗液并入含有水相层的分液漏斗-1 中。转移分液漏斗-1 中所有水相层到一个 250mL 的烧杯中，在蒸汽浴槽上加热以去除微量氯仿，然后经一张酸洗过的精密滤纸滤入一个 500mL 的容量瓶中，加水稀释并定容至刻度（此为溶液 1）。准确吸取 25mL 溶液 1，置于一个 100mL 的容量瓶中，加水稀释并定容至刻度（此为溶液 2）。保留剩余的溶液 1，用来测定总甘油含量。

### A.3.3.3 测定

准确吸取 10mL 在 A.3.3.2 分析步骤中制备的溶液 2，置于一个 25mL 的比色管中，然后按照 A.3.3.1 “标准曲线的绘制”的分析步骤，从“向每个比色管中加入 4.0mL……”开始继续操作，得到试样液的吸光度。根据标准曲线求得溶液 2 中酒石酸的质量。

### A.3.4 结果计算

总酒石酸的含量  $X_1$  按式 (A.1) 计算：

$$X_1 = \frac{m \times 20}{m_1} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

$X_1$ ——总酒石酸的含量，%；

$m$ ——根据试样液的吸光度和标准曲线，求得的溶液 2 中酒石酸的质量，单位为毫克 (mg)；

20——稀释倍数；

$m_1$ ——试样的质量，单位为毫克 (mg)。

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之差不大于 1%。

## A.4 总甘油的测定

### A.4.1 试剂和材料

a) 冰乙酸。

b) 高碘酸溶液：将 2.7g 高碘酸( $H_5IO_6$ )溶于 50mL 水中，加入 950mL 冰乙酸，充分混合，此溶液需避光保存。

c) 碘化钾溶液：150g/L。

d) 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(Na_2S_2O_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

e) 淀粉指示液：10g/L。

### A.4.2 分析步骤

准确吸取 5mL 总酒石酸含量测定的 A.3.3.2 分析步骤中制备的溶液 1，此 5mL 溶液 1 即为试样液，将试样液移入一个 250mL 的玻璃塞锥形瓶或碘瓶中。向瓶中加入 15mL 冰乙酸和 25mL 高碘酸溶液，将该混合液振摇 1min~2min，静置 15min，然后加入 15mL 碘化钾溶液和 15mL 水，摇匀后静置 1min，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定游离的碘，用淀粉指示液作为指示剂。用水代替试样液进行空白样滴定。经空白校正后的体积就是滴定 5mL 溶液 1 中样品所含甘油和酒石酸所需消耗的硫代

硫酸钠标准滴定溶液的毫升数 ( $V_0 - V_2$ )。根据总酒石酸含量试验 (A.3) 中确定的酒石酸含量计算出滴定试样液中酒石酸所需消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的毫升数 ( $V_1$ )。

经空白校正后的体积与计算所得试样液中酒石酸所需消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的毫升数之差,即为试样液中甘油所需消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的毫升数。将得到的甘油质量除以试样液所对应试样的质量,即可求得总甘油的含量。

#### A.4.3 结果计算

总甘油的含量  $X_2$  按公式 (A.2) 计算:

$$X_2 = \frac{(V_0 - V_2 - V_1) \times c_2 \times 23.03}{m_2} \times 100\% \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

$X_2$ ——总甘油的含量, %;

$V_0$ ——空白样滴定消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

$V_2$ ——试样液滴定消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

$V_1$ ——计算得到的试样液中酒石酸所需消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

$c_2$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);

23.03——消耗 1mL 1.0 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液相当于 23.03mg 甘油;

$m_2$ ——试样液 (5mL 溶液 1) 所对应试样的质量, 单位为毫克 (mg)。

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之差不大于 1%。

#### A.5 总乙酸的测定

##### A.5.1 试剂和材料

- a) 高氯酸溶液: 约 4mol/L。
- b) 酚酞指示液: 10g/L。
- c) 氢氧化钠标准溶液:  $c(\text{NaOH}) = 0.5\text{mol/L}$ 。

##### A.5.2 仪器和设备

按照图 A.1 所示组装好一套改良的 Hortvet-Sellier 蒸馏仪器, 使用足够大 (大约 38 mm×203mm) 的 Sellier 内管和大型蒸馏阱。

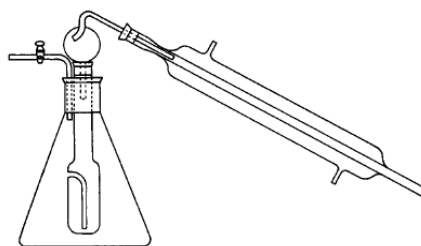


图 A.1 改良的 Hortvet-Sellier 蒸馏仪器

##### A.5.3 分析步骤

称取约 4g 试样 (精确至 0.001g), 转移至蒸馏仪器的内管中, 并将内管插入一个外瓶中, 外瓶

中有约 300mL 刚刚加热至沸腾的热水。往试样中加入 10mL 浓度约为 4mol/L 的高氯酸溶液。将内管通过蒸馏阱连接至一个水冷冷凝器,通过加热外瓶进行蒸馏,在 20min~25min 内收集 100mL 蒸馏物。收集几份 100mL 的蒸馏物,在每份试液(100mL 蒸馏物)中加入酚酞指示液,用氢氧化钠标准溶液滴定。继续进行蒸馏,直到收集的 100mL 蒸馏物只需不到 0.5mL 的氢氧化钠标准溶液即可中和为止。(注意:切勿蒸干。)

#### A. 5. 4 结果结算

总乙酸含量  $X_3$  按式 (A.3) 计算:

$$X_3 = \frac{V_3 \times c_3 \times 60.06}{m_3} \times 100\% \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

$X_3$ ——总乙酸的含量, %;

$V_3$ ——连续滴定消耗氢氧化钠标准溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

$c_3$ ——氢氧化钠标准溶液的实际浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);

60.06——消耗 1mL 1.0 mol/L 氢氧化钠标准溶液相当于 60.06mg 乙酸;

$m_3$ ——试样的质量, 单位为毫克 (mg)。

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之差不大于 2%。

### A. 6 游离甘油的测定

#### A. 6. 1 试剂和材料

- a) 冰乙酸。
- b) 三氯甲烷(氯仿)。
- c) 高碘酸溶液: 溶解 2.7 g 高碘酸在 50 mL 水和 950 mL 乙酸的混合液中, 避光保存在干净具塞玻璃瓶中。
- d) 碘化钾溶液: 150g/L。
- e) 硫代硫酸钠标准滴定溶液:  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 。
- f) 淀粉指示液: 10 g/L。

#### A. 6. 2 分析步骤

##### A. 6. 2. 1 样品预处理

先将样品熔融(不超过其熔点 10 °C 的温度), 并充分混合。称取 0.2 g~1.0g 试样(精确至 0.000 1 g), 放入 100 mL 烧杯中, 加 25 mL 氯仿使之溶解。将此溶液移入一分液漏斗, 另用 25 mL 氯仿淋洗烧杯, 然后再用 25 mL 水清洗, 所有洗液均移入分液漏斗中。加塞密闭, 强烈震荡 30 s~60 s, 然后静置使氯仿与水相分层(如形成乳浊状, 则可加冰乙酸 1mL~2 mL 破乳)。将水溶液层转入 500 mL 碘量瓶中, 再分别用 25 mL 水萃取氯仿溶液二次。将萃取后的水溶液集中到同一碘量瓶中用于测定游离甘油的含量。

##### A. 6. 2. 2 测定

样品预处理后, 500 mL 碘量瓶中装有萃取后的水相, 加 20.0 mL 高碘酸溶液, 同时用 75 mL 水代替样品做两只空白试验, 静置 30 min~90 min。在每一碘量瓶中各加 15 mL 碘化钾溶液, 再放置

1 min~5 min, 加 100 mL 水, 用硫代硫酸钠标准滴定溶液进行滴定, 滴定时用一磁力搅拌器搅拌以保持溶液充分混合, 至碘的棕色消退后, 加 2 mL 淀粉指示液, 并继续滴至蓝色消退为止。

### A. 6.3 结果计算

游离甘油含量  $X_4$  按式 (A.4) 计算:

$$X_4 = \frac{(V_0 - V_4) \times c_4 \times 2.30}{m_4} \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

$X_4$ ——游离甘油的含量, %;

$V_0$ ——空白滴定消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

$V_4$ ——样品滴定消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

$c_4$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);

2.30——换算系数, 甘油分子量除以 40;

$m_4$ ——试样的质量, 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之差不大于 0.2%。

## A. 7 酸值的测定

### A. 7.1 试剂和材料

- a) 95 % 乙醇。
- b) 氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液:  $c(\text{KOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。
- c) 酚酞指示液: 10g/L。

### A. 7.2 分析步骤

称取约 0.6 g 试样 (精确至 0.001 g), 置于锥形瓶中, 加入 50 mL 中性乙醇, 加热使试样溶解, 冷却后, 加入 2~3 滴酚酞指示液, 用 0.1 mol/L 氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液滴定至呈微红色, 并维持 30s 不褪色为终点。

### A. 7.3 结果计算

酸值  $X_5$  按式 (A.5) 计算:

$$X_5 = \frac{V_5 \times c_5 \times 56.1}{m_5} \dots\dots\dots (A.5)$$

式中:

$X_5$ ——酸值, 单位为毫克每克 (mg/g) (以 KOH 计);

$V_5$ ——滴定时消耗的氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液体积, 单位为毫升 (mL);

$c_5$ ——氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液的浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);

56.1——氢氧化钾的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol);

$m_5$ ——试样的质量, 单位为克 (g)。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准 (保留一位小数)。在重复性条件下获得的两次独立测定结果之差不大于 2 mg/g。



## A.8 皂化值的测定

### A.8.1 试剂和材料

- a) 95 % 乙醇。
- b) 氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液：  $c(\text{KOH})=0.5 \text{ mol/L}$ 。
- c) 盐酸标准滴定溶液：  $c(\text{HCl})=0.5 \text{ mol/L}$ 。
- d) 酚酞指示液： 10g/L。

### A.8.2 分析步骤

称取约 0.7 g 试样（精确至 0.001 g），置于 250mL 磨口锥形瓶中，加入 25 mL 氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液，连接冷凝管，在  $(85 \pm 2)^\circ\text{C}$  恒温水浴上加热回流 1h。稍冷后用 5mL 乙醇淋洗冷凝管。取下锥形瓶，加入 3 滴酚酞指示液，用 0.5 mol/L 盐酸标准滴定溶液滴定至溶液的颜色刚刚消失即为终点。同时做一空白试验。

### A.8.3 结果计算

皂化值  $X_6$  按公式 (A.6) 计算：

$$X_6 = \frac{(V_0 - V_6) \times c_6 \times 56.1}{m_6} \dots\dots\dots \text{(A.6)}$$

式中：

- $X_6$ ——皂化值，单位为毫克每克 (mg/g) (以 KOH 计)；
- $V_0$ ——空白所消耗的盐酸标准滴定溶液体积，单位为毫升 (mL)；
- $V_6$ ——试样所消耗的盐酸标准滴定溶液体积，单位为毫升 (mL)；
- $c_6$ ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；
- 56.1——氢氧化钾的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol)；
- $m_6$ ——试样的质量，单位为克 (g)。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准（保留一位小数）。在重复性条件下获得的两次独立测定结果之差不大于 1 mg/g。