

中华人民共和国国家标准

GB 25549 - 2010

食品安全国家标准 食品添加剂 丙酸钠

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 丙酸钠

1 范围

本标准适用于以丙酸和氢氧化钠(或碳酸钠)为原料,经中和、精制、干燥制得的食品添加剂 丙酸钠。

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 分子式、结构式和相对分子质量

3.1 分子式

 $C_3H_5NaO_2$

3.2 结构式

3.3 相对分子质量

96.06 (按2007年国际相对原子质量)

4 技术要求

4.1 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	
色泽和组织状态	白色结晶、颗粒或结晶性粉末	取适量实验室样品,置于清洁、干燥的白磁盘中,	
气味	无臭或带微量乙酸-丁酸味	在自然光线下,目视观察,嗅其气味。	

4.2 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
丙酸钠 (以干基计), w/%	99.0~100.5	附录 A 中 A.4
干燥减量, w/%	1.0	附录 A 中 A.5
碱度试验	通过试验	附录 A 中 A.6
砷(As)/(mg/kg)	3	附录 A 中 A.7
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg) <	4	附录 A 中 A.8
铁(Fe)/(mg/kg) <	30	附录 A 中 A.9

附 录 A (规范性附录)

检验方法

A. 1 警示

试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和防护措施。

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 6682-2008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。

A.3 鉴别试验

- A. 3. 1 试剂和材料
- A. 3. 1. 1 盐酸溶液: 1+1。
- A. 3. 1. 2 硫酸溶液: 1+9。
- A. 3. 1. 3 乙酸钴-双氧铀溶液: 称取 40g 乙酸双氧铀,加 28.6mL 冰乙酸及适量水,温热溶解并用水稀释至 500mL 为溶液 A。另称取 200g 乙酸钴溶于 28.6mL 冰乙酸及适量水中,并用水稀释至 500mL 为溶液 B。在保持温热的情况下,将溶液 A 与溶液 B 混合,冷却至室温,静置 2h,过滤,备用。

A. 3. 2 分析步骤

A. 3. 2. 1 丙酸鉴别

称取 0.5g 实验室样品,精确至 0.01g,置于装有 5mL 水的 100mL 烧杯中,搅拌溶解,加 5mL 硫酸溶液,加热时,应有特殊臭味产生。

A. 3. 2. 2 钠盐鉴别

称取 1g 实验室样品,精确至 0.01g,用适量的水溶解,加 1mL 盐酸溶液,用水稀释至 20mL。取 1mL 该试样溶液,加 5mL 乙酸钴-双氧铀溶液,摇匀,应有黄色沉淀产生。

低温灼烧实验室样品产生的碱性残渣,加酸应有气泡产生。

A. 4 丙酸钠的测定

A. 4. 1 方法提要

干燥试样以冰乙酸为溶剂,以结晶紫为指示剂,用高氯酸标准滴定溶液滴定,根据消耗高氯酸标准滴定溶液的体积计算丙酸钠含量。

A. 4. 2 试剂和材料

- A. 4. 2. 1 冰乙酸。
- A. 4. 2. 2 高氯酸标准滴定溶液: c(HClO₄)=0.1mol/L。
- A. 4. 2. 3 结晶紫指示液: 5g/L。

A. 4. 3 分析步骤

A. 4. 3. 1 称取约0.2g A.5.1的中干燥物C,精确至0.000 2g,置于干燥的锥形瓶中,加40mL冰乙酸使 其溶解,必要时可加温,冷却至室温。加2滴结晶紫指示液,用高氯酸标准滴定溶液滴定至溶液由紫 色变为蓝绿色为终点。

A. 4. 3. 2 在测定的同时,按与测定相同的步骤,对不加试料而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

A. 4. 4 结果计算

丙酸钠(以干基计)的质量分数 w_1 ,数值以%表示,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{[(V_1 - V_2)/1000]cM}{m} \times 100\%$$
 (A.1)

式中:

 V_1 ——试料消耗高氯酸标准滴定溶液(A.4.2.2)体积的数值,单位为毫升(mL);

 V_2 ——空白试验消耗高氯酸标准滴定溶液(A.4.2.2)体积的数值,单位为毫升(mL);

c——高氯酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m——试料质量的数值,单位为克(g);

M——丙酸钠的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)(M=96.06)。

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0.2%。

A. 5 干燥减量的测定

A. 5. 1 分析步骤

称取约 1g 实验室样品,精确至 0.000 2g,置于预先在 $(105\sim110)$ ℃干燥至质量恒定的称量瓶中,铺成 5mm 以下的层。在 $(105\sim110)$ ℃的恒温干燥箱中干燥 1h,置于干燥器中冷却 30min 称量。保留部分干燥物(此为干燥物 C)用于丙酸钠含量的测定。

A. 5. 2 结果计算

干燥减量的质量分数 w_2 ,数值以%表示,按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \% \tag{A.2}$$

式中:

m——干燥前试料质量的数值,单位为克(g);

 m_1 ——干燥后试料质量的数值,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于0.02%。

A.6 碱度试验

A. 6.1 方法提要

以酚酞为指示液,用规定体积的硫酸标准滴定溶液中和试样溶液,做碱度的限量试验。

A. 6. 2 试剂和材料

A. 6. 2. 1 硫酸标准滴定溶液: c(1/2H₂SO₄)=0.1mol/L。

A. 6. 2. 2 酚酞指示液: 10g/L。

A. 6. 3 分析步骤

称取4.0g实验室样品,精确至0.01g,溶于20mL无二氧化碳水中,加2滴酚酞指示液,如溶液显粉红色,用硫酸标准滴定溶液滴定至粉红色褪去,所耗用硫酸标准滴定溶液的体积应≤(0.6±0.02)mL。

A.7 砷的测定

按GB/T 5009.76砷斑法进行。称取1.0g实验室样品,精确至0.01g,加5mL水溶解。

限量标准液的配制: 用移液管移取(3 ± 0.02) mL砷(As)标准溶液(相当于 $3.0\mu g$ As),与试样同时同样处理。

A.8 重金属的测定

按GB/T 5009.74进行。称取5.0g实验室样品,精确至0.01g,溶于适量水,置于100mL容量瓶中稀释至刻度,取(20 ± 0.02) mL该试验溶液;量取(0.4 ± 0.02) mL铅(Pb)标准溶液(0.01mg/mL)。

A.9 铁的测定

- A. 9. 1 试剂和材料
- A. 9. 1. 1 盐酸。
- A. 9. 1. 2 过硫酸铵。
- A. 9. 1. 3 硫氰酸铵溶液: 250g/L。
- A. 9. 1. 4 铁 (Fe) 标准溶液: 0.001mg/mL。

A. 9. 2 分析步骤

称取 0.3g 实验室样品,精确至 0.01g,溶于 40mL 水中,加 2mL 盐酸、40mg 过硫酸铵和 5mL 硫氰酸铵溶液,摇匀,此为试样溶液。

标准比色溶液的配置:取(9±0.02)mL铁(Fe)标准溶液,加水至40mL,与样品同时同样处理。试样溶液所呈红色不得深于标准比色溶液,即为通过试验。

5