中华人民共和国国家标准

GB 1886.93—2015

食品安全国家标准
食品添加剂　乳酸脂肪酸甘油酯

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　乳酸脂肪酸甘油酯

1　范围

本标准适用于食品添加剂乳酸脂肪酸甘油酯。

2　技术要求

2.1　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
状态	柔软至坚硬的蜡状固体	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下观察其状态

2.2　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
水分，w/%	符合声称	GB/T 6283
酸值(以 KOH 计)/(mg/g)	符合声称	附录 A 中 A.3
灼烧残渣，w/%　≤	0.1	GB/T 9741
游离甘油，w/%	符合声称	附录 A 中 A.4
1-单甘酯含量，w/%	符合声称	附录 A 中 A.5
总乳酸，w/%	符合声称	附录 A 中 A.6
未皂化物，w/%　≤	2.0	GB/T 5535.1 乙醚提取法
铅(Pb)/(mg/kg)　≤	0.5	GB 5009.12

附 录 A

检验方法

A.1 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682规定的三级水。试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、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之规定制备。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 能分散于热水，溶于热异丙醇、二甲苯及棉籽油。

A.2.2 取1 mL A.6.3中的试样溶液，置于一个25 mL的具塞试管中，加入0.1 mL硫酸铜溶液(1 g五水硫酸铜溶于25 mL水中)和6 mL硫酸，混合均匀。宽松地盖上塞子，在沸水浴锅中加热5 min，然后在冰水浴中冷却5 min。从冰水浴中移出后，加入0.1 mL ρ-苯基苯酚溶液(75 mg ρ-苯基苯酚溶于5 mL 1 mol/L氢氧化钠溶液中)，混匀。在室温下静置1 min，然后在沸水浴锅中加热1 min。溶液呈深蓝紫色，证明有乳酸存在。

A.3 酸值(以KOH计)的测定

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 乙醇：95%。

A.3.1.2 氢氧化钾标准溶液：0.1 mol/L。

A.3.1.3 酚酞指示液：1%。

A.3.2 分析步骤

称取10 g样品(准确至0.001 g)置于锥形瓶中，加50 mL中性热乙醇(在加热后的乙醇中加入2 mL酚酞指示液，用0.1 mol/L氢氧化钾标准溶液中和至微红色，并保持30 s不褪色)使样品溶解，用0.1 mol/L氢氧化钾标准溶液滴定至呈微红色，并维持30 s不褪色为终点。

A.3.3 结果计算

酸值(以KOH计)的质量分数w_1，按式(A.1)计算：

$$w_1 = \frac{V \times c \times M}{m \times 1\,000} \times 100\% \qquad \cdots\cdots(A.1)$$

式中：

V——滴定时消耗的氢氧化钾标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；

c——氢氧化钾标准溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

M——氢氧化钾的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)，[M(KOH)=56.1]；

m——试样的质量，单位为克(g)。

A.3.4 允许差

试验结果以两次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与算数平均值的绝对差不得大于 0.2 mg/g。

A.4 游离甘油的测定

A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 乙酸:化学纯。

A.4.1.2 三氯甲烷:化学纯,同时应符合以下条件。取三个 500 mL 锥形瓶,分别加入 20 mL 高碘酸溶液,在其中两只锥形瓶中加入 50 mL 三氯甲烷和 10 mL 水,另一只加入 50 mL 水,再往每只锥形瓶中加入 20 mL 碘化钾溶液均匀混合,放置 1 min～5 min,按照 A.4.2 分析步骤用 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液滴定,有三氯甲烷和无三氯甲烷的滴定量差不超过 0.5 mL。

A.4.1.3 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。

A.4.1.4 碘化钾溶液:质量分数为 15%。

A.4.1.5 硫代硫酸钠标准溶液:0.1 mol/L。

A.4.1.6 淀粉指示液:0.5%。

A.4.2 分析步骤

先将样品熔融(不超过其熔点 10 ℃的温度),并充分混合。精确称取试样 0.2 g(准确至 0.000 1 g),放入 100 mL 烧杯中,加三氯甲烷 25 mL 使之溶解。将此溶液移入分液漏斗,另用 25 mL 三氯甲烷淋洗烧杯,然后再用 25 mL 水清洗,所有洗液均加入分液漏斗中。加塞密闭,强烈振摇 30 s～60 s,然后静置使三氯甲烷与水相分层(如形成乳浊状,则可加冰乙酸 1 mL～2 mL 破乳)。将水溶液层转入 500 mL 碘量瓶中,再分别用 25 mL 水萃取三氯甲烷溶液两次。将萃取后的水相集中到 500 mL 碘量瓶中,加 20.0 mL 高碘酸溶液,同时用 75 mL 水代替样品做两次空白试验,静置 30 min～90 min。在每一锥形瓶中各加 15 mL 15%碘化钾溶液,再放置 1 min～5 min,加 100 mL 水,用 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液进行滴定,滴定时用磁力搅拌器搅拌以保持溶液充分混合,至碘的棕色消褪后,加 2 mL 淀粉指示液,并继续滴至蓝色消褪为止。

A.4.3 结果计算

游离甘油的质量分数 w_2,按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times M}{m \times 1\,000} \times 100\% \qquad \cdots\cdots (A.2)$$

式中:

V_0——空白滴定消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_1——试样滴定消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M——甘油的摩尔质量的 1/40,单位为克每摩尔(g/mol),$\left[M\left(\frac{1}{40}C_3H_8O_3\right)=2.30\right]$;

m ——试样的质量,单位为克(g)。

A.4.4 允许差

试验结果以两次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

立测定结果与算数平均值的绝对差不得大于0.2%。

A.5 1-单甘酯含量的测定

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 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,避光保存在干净带塞子的玻璃瓶中。

A.5.1.2 碘化钾:化学纯,15%溶液。

A.5.1.3 硫代硫酸钠标准溶液:0.1 mol/L。

A.5.1.4 乙酸:化学纯。

A.5.1.5 淀粉指示液:0.5%。

A.5.1.6 三氯甲烷:化学纯,同时应符合以下条件。取三个500 mL锥形瓶,分别加入20 mL高碘酸溶液,在其中两只锥形瓶中加入50 mL三氯甲烷和10 mL水,另一只加入50 mL水,再往每只锥形瓶中加入20 mL碘化钾溶液均匀混合,放置1 min~5 min,按照A.4.2分析步骤用0.1 mol/L硫代硫酸钠标准溶液滴定,有三氯甲烷和无三氯甲烷的滴定量差不超过0.5 mL。

A.5.2 分析步骤

先将样品熔融(不超过其熔点10 ℃的温度),并充分混合。精确称取试样0.2 g(准确至0.000 1 g),放入100 mL烧杯中,加三氯甲烷25 mL使之溶解。将此溶液移入分液漏斗,另用25 mL三氯甲烷淋洗烧杯,然后再用25 mL水清洗,所有洗液均加入分液漏斗中。加塞密闭,强烈振摇30 s~60 s,然后静置使三氯甲烷与水相分层(如形成乳浊状,则可加冰乙酸1 mL~2 mL破乳)。将水溶液层转入500 mL碘量瓶中,再分别用25 mL水萃取三氯甲烷溶液两次。把萃取后的三氯甲烷溶液放入500 mL碘量瓶中,同时用50 mL三氯甲烷和10 mL水做两次空白试验。分别加20 mL高碘酸液并轻轻摇动,再静置30 min~90 min。在每一烧瓶中各加入15 mL 15%碘化钾溶液,再放置1 min~5 min,加100 mL水,用0.1 mol/L硫代硫酸钠标准溶液进行滴定,滴定时用磁力搅拌器搅拌以保持溶液的充分混合,至碘的棕色消褪后,加2 mL淀粉指示液,并继续滴至蓝色消褪为止。

A.5.3 结果计算

1-单甘酯含量的质量分数w_3,按式(A.3)计算:

$$w_3=\frac{(V_0-V_1)\times c\times M}{m\times 1\ 000}\times 100\% \qquad \cdots\cdots(A.3)$$

式中:

V_0——空白滴定消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_1——试样滴定消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

c——硫代硫酸钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M——单硬脂酸甘油酯的摩尔质量的1/20,单位为克每摩尔(g/mol),$\left[M\left(\frac{1}{20}C_{21}H_{42}O_4\right)=17.927\right]$;

m——试样的质量,单位为克(g)。

A.5.4 允许差

试验结果以两次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与算数平均值的绝对差不得大于1.0%。

A.6 总乳酸的测定

A.6.1 试剂和材料

A.6.1.1 氢氧化钾乙醇溶液:0.5 mol/L。

A.6.1.2 甲基红。

A.6.1.3 盐酸溶液:0.5 mol/L。

A.6.1.4 正己烷。

A.6.1.5 酚酞试液。

A.6.1.6 氢氧化钾溶液:0.1 mol/L。

A.6.2 仪器和设备

空气冷凝器。

A.6.3 分析步骤

熔融的试样称样量,相当于 140 mg ～170 mg 乳酸。将试样置于一个 250 mL 的锥形烧瓶中,加入 20 mL 0.5 mol/L 氢氧化钾乙醇溶液,连接一个长度至少为 65 cm 的空气冷凝器,回流 30 min。同时,在另一个空的锥形烧瓶中,加入等体积的 0.5 mol/L 氢氧化钾乙醇溶液,做空白对照实验。然后,在每个烧瓶中加入 20 mL 水,分开冷凝器,蒸发至溶液体积为 20 mL,冷却至 40 ℃。在每个烧瓶中加入甲基红试液,用 0.5 mol/L 盐酸溶液滴定空白样。同时旋转试样瓶,加入等体积的 0.5 mol/L 盐酸溶液。在每个烧瓶中加入 50 mL 正己烷,剧烈旋转试样瓶,使脂肪酸溶解,然后定量将每个烧瓶中的内容物分别转移至 250 mL 分液漏斗中,摇晃 30 s。收集水相至 300 mL 锥形烧瓶中,用 50 mL 水洗涤正己烷溶液,合并洗涤的溶液和开始置于锥形烧瓶中的水相溶液,丢弃正己烷溶液。用 0.1 mol/L 氢氧化钾溶液滴定,用酚酞试液做指示剂,至溶液呈粉红色,保持 30 s 不褪色,即为滴定终点。

注意:保持最终滴定后的试样溶液用于上述鉴别实验。

A.6.4 结果计算

总乳酸的质量分数 w_4,按式(A.4)计算:

$$w_4 = \frac{M \times (V - V_0) \times c}{m \times 1\,000} \times 100\% \qquad \cdots\cdots (A.4)$$

式中:

M ——乳酸的摩尔质量的 1/10,单位为克每摩尔(g/mol),$\left[M\left(\frac{1}{10}C_3H_6O_3\right)=9.008\right]$;

V ——滴定试样溶液消耗的 0.1 mol/L 氢氧化钾溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白溶液消耗的 0.1 mol/L 氢氧化钾溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钾的浓度,单位为摩尔每开(mol/L);

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。