



中华人民共和国国家标准

GB25533—××××

食品安全国家标准 食品添加剂 果胶

(征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国家市场监督管理总局

发布

前 言

本标准代替GB 25533-2010《食品安全国家标准 食品添加剂 果胶》。

本标准与GB 25533-2010相比，主要变化如下：

- 增加了范围中的原料和提取溶剂；
- 增加了气味、砷的指标要求及检验方法；
- 增加了商品化产品的描述；
- 修订了铅的指标要求；
- 修改了总半乳糖醛酸、酸不溶灰分、（甲醇+乙醇+异丙醇）的检验方法。

食品安全国家标准公开征求意见

食品安全国家标准
食品添加剂 果胶

1 范围

本标准适用于以水果（柚子、柠檬、柑橘、苹果）的果皮或果渣、葵花盘或其他适当的可食用的植物为原料，经提取、精制而得食品添加剂果胶。提取溶剂为乙醇、异丙醇。

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
色泽	白色、淡黄色、浅灰色或浅棕色	取适量试样，均匀置于清洁、干燥的白瓷盘或透明烧杯中，在自然光下，观察其色泽和状态，嗅其气味
状态	粉末	
气味	具有特征气味，无异味	

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
总半乳糖醛酸，w/%	≥	65 附录 A 中 A.4
干燥减量，w/%	≤	12 GB 5009.3 直接干燥法 ^a
二氧化硫/（mg/kg）	≤	50 GB 5009.34
酰胺化度（仅限酰胺化果胶），w/%	≤	25 附录 A 中 A.4
酸不溶灰分，w/%	≤	1 附录 A 中 A.5
（甲醇+乙醇+异丙醇） ^b ，w/%	≤	1.0 附录 A 中 A.6
铅（Pb）/（mg/kg）	≤	2.0 GB 5009.75 或 GB 5009.12
砷（As）/（mg/kg）	≤	1.0 GB 5009.76 或 GB 5009.11
注：商品化的果胶产品应以符合本标准的果胶为原料，可添加符合相关要求的食品原料，以及符合食品安全国家标准的食品添加剂酸度调节剂、磷酸盐、氯化钾（钠、钙）。商品化的产品仍应符合本标准规定。		
^a 干燥温度和时间分别为 105℃和 2 h。		
^b 仅限于非乙醇加工的产品。		

附录 A

检验方法

A.1 安全提示（或警示）

本标准试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，按相关规定操作，操作时需小心谨慎。若溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。在使用挥发性酸时，要在通风橱中进行。

A.2 一般规定

本标准所用试剂和水，除特别说明，均指分析纯试剂和GB/T 6682中规定的三级水及以上试验用水。试验中所用标准溶液、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。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.3 鉴别试验

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 氢氧化钠溶液（8 g/100 mL）：称取 8 g 氢氧化钠，加水至 100 mL。

A.3.1.2 盐酸溶液：1+1（V/V）。

A.3.2 仪器和设备

A.3.2.1 电子天平：感量 0.01 g。

A.3.2.2 封闭式电炉。

A.3.3 分析步骤

A.3.3.1 称取 1 g 样品，加入 40 mL 水，不断搅拌，经加热至沸腾后维持 3 分钟，冷却至室温，应形成黏稠状液体或凝胶。

A.3.3.2 称取约 0.5 g 样品，加水溶解并稀释至 50 mL。吸取 5 mL 于 10 mL 试管中，加入 1 mL 氢氧化钠溶液，混匀，静置 15 min，应形成半透明到不透明凝胶或出现半凝胶沉淀。

A.3.3.3 在上述 A.3.3.2 的凝胶或半凝胶沉淀中加入 1 mL 盐酸溶液，形成无色凝胶，煮沸时则形成絮状沉淀。

A.4 总半乳糖醛酸和酰胺化度的测定

A.4.1 方法原理

试样经盐酸-乙醇溶液洗涤并干燥后，分别测定其初始滴定度、皂化滴定度、酰胺滴定度、醋酸酯滴定度，根据滴定结果计算样品中总半乳糖醛酸含量和酰胺化度。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 无水乙醇。

A.4.2.2 盐酸。

A.4.2.3 盐酸溶液：0.5 mol/L。

A.4.2.4 氢氧化钠溶液：0.5 mol/L。

A.4.2.5 氢氧化钠溶液：0.125 mol/L。

A.4.2.6 氢氧化钠溶液：100 g/L。

A.4.2.7 乙醇溶液：3+2（V/V）。

A.4.2.8 盐酸-乙醇溶液：吸取 2.5 mL 盐酸加入到 200 mL 乙醇溶液（A.4.2.7）中，混合。

A.4.2.9 克拉克溶液：称取 100 g 硫酸镁（ $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ）于烧杯中，加入 0.8 mL 硫酸，加水至总量为 180 mL。

A.4.2.10 氢氧化钠标准滴定溶液：0.1 mol/L。

A. 4. 2. 11 氢氧化钠标准滴定溶液：0.05 mol/L。

A. 4. 2. 12 盐酸标准滴定溶液：0.1 mol/L。

A. 4. 2. 13 甲基红指示剂。

A. 4. 2. 14 酚酞指示剂。

A. 4. 3 仪器和设备

A. 4. 3. 1 电子天平：感量 0.0001 g。

A. 4. 3. 2 鼓风干燥箱。

A. 4. 3. 3 滴定管：25 mL。也可采用精度相当的新型滴定装置。

A. 4. 4 分析步骤

A. 4. 4. 1 滴定样品制备

称取 5 g 试样（精确至 0.0001 g），置于烧杯中，加入 100 mL 盐酸-乙醇溶液，搅拌 10 min。用干燥至恒重的 G3 砂芯漏斗过滤，真空抽吸滤干后用盐酸-乙醇溶液洗涤 6 次，每次用 15 mL，再用乙醇溶液数次冲洗直至滤出物不含氯离子，最后用 20 mL 无水乙醇冲洗滤干，在 105 °C 下干燥 2 h，冷却后称重。

A. 4. 4. 2 0.5 mol/L 盐酸溶液滴加体积确定

用移液管准确移取 20 mL 0.5 mol/L 氢氧化钠溶液于锥形瓶中，加入 2 滴酚酞指示剂，用 0.5 mol/L 盐酸溶液滴定至粉红色消失，记录滴定体积为 V_T 。

A. 4. 4. 3 皂化滴定度测定

准确称取 1/10 干燥后的样品，移入一个 250 mL 具塞锥形烧瓶中，用 2 mL 无水乙醇湿润。加入 100 mL 新煮沸并冷却的水，加上瓶塞，不时转动至试样完全溶解，加 5 滴酚酞指示剂，用 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定，滴定至粉红色 30 s 不褪色为终点，记录下所消耗的 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液的体积 V_1 （初始滴定度）。准确加入 20 mL 0.5 mol/L 氢氧化钠溶液，加上瓶塞，用力振摇后静置 15 min，加入 V_T 体积的 0.5 mol/L 盐酸溶液（ V_T 由 4.4.2 得到），振摇至粉红色消失，然后用 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定，用力振摇至粉红色 30 s 不褪色为终点。记录下所消耗的 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液的体积 V_2 （皂化滴定度）。

A. 4. 4. 4 酰胺滴定度测定

定量移烧瓶中内容物至带有凯氏定氮球和水冷冷凝器的 500 mL 蒸馏瓶中，冷凝器的导出管伸到装有 150 mL 去除二氧化碳的水和 20 mL 0.1 mol/L 盐酸标准滴定溶液的混合液的接收瓶的液面下。向蒸馏瓶中加入 20 mL 氢氧化钠溶液（100 g/L），封住连接处。先小心加热以避免产生过量泡沫，继续加热至收集到 80 mL~120 mL 的馏出液为止。向接收瓶中加入几滴甲基红指示剂，然后用 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定过量的酸，滴定至亮黄色 30 s 不褪色为终点，记录下所消耗的 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液的体积 S 。用 20.0 mL 0.1 mol/L 盐酸标准滴定溶液做空白测定，记录下所用 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液体积 B 。两次记录的氢氧化钠标准滴定溶液体积相减（ $B-S$ ）得到酰胺滴定度为 V_3 。

A. 4. 4. 5 醋酸酯滴定度测定

准确称取 1/10 干燥后的样品于 50 mL 烧杯中，用 2 mL 无水乙醇湿润，加 25 mL 0.125 mol/L 氢氧化钠溶液使之溶解。静置 1 h，在室温下搅拌，将此皂化样品移到 50 mL 容量瓶中，以水定容。量取 20 mL 此稀释液于蒸馏装置中，加入克拉克溶液 20 mL（蒸馏器的蒸汽发生器与圆底烧瓶连接并连有冷凝管，蒸汽发生器与烧瓶带有加热装置）。先加热装有样品的蒸馏烧瓶，用量筒收集最初 15 mL 馏出液，然后提供蒸汽继续蒸馏并用 200 mL 烧杯收集 150 mL 馏出液。定量混合两次馏出液，加入 2 滴酚酞指示剂，用 0.05 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定至变色，

记录所消耗的 0.05 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液的体积 A。同时以 20 mL 水为空白，用 0.05 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定至变色，记录所消耗的 0.05 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液的体积 A₀。两次记录的氢氧化钠标准滴定溶液体积相减 (A - A₀) 得到醋酸酯滴定度为 V₄。

A.4.5 结果计算

总半乳糖醛酸的含量以质量分数 ω₁ 计，数值以 % 表示，按式 (A.1) 计算，非酰胺化果胶 V₃、V₄ 为零。

$$\omega_1 = \frac{19.41 \times (V_1 + V_2 + V_3 - V_4)}{m_1 \times 0.1} \times c \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

对于酰胺化果胶，酰胺化度以质量分数 ω₂ 计，数值以 % 表示，按式 (A.2) 计算：

$$\omega_2 = \frac{V_3}{V_1 + V_2 + V_3 - V_4} \times 100\% \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

V₁——初始滴定度，单位为毫升 (mL)；

V₂——皂化滴定度，单位为毫升 (mL)；

V₃——酰胺滴定度 (B-S)，单位为毫升 (mL)；

V₄——醋酸酯滴定度 (A-A₀)，单位为毫升 (mL)；

c——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

m₁——测定用试样的质量 (1/10 干燥后的样品)，单位为毫克 (mg)；

19.41——每消耗 1 mL 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液，相当于 19.41 mg 半乳糖醛酸；

0.1——以 0.1 mol/L 作为基准，氢氧化钠标准滴定溶液的浓度校准系数。

试验结果以两次平行测定结果的算术平均值表示。结果保留到小数点后一位。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 酸不溶灰分的测定

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 盐酸溶液：24+76 (V/V)。

A.5.2 仪器和设备

A.5.2.1 电子天平：感量 0.0001 g。

A.5.2.2 高温炉，温度可达到 600 °C。

A.5.2.3 鼓风干燥箱。

A.5.2.4 砂芯漏斗：G3。

A.5.3 分析步骤

称取 1 g~4 g 试样(精确至 0.01 g)，置于经 550 °C~600 °C 灼烧至恒重的瓷坩埚中，用小火缓慢加热至完全炭化，置于高温炉，在 550 °C~600 °C 加热 4 h，取出置于干燥器中冷却至室温，称重。然后再放入 550 °C~600 °C 高温炉中，加热 1 h，取出冷却后称重。重复以上步骤至前后两次质量差不超过 2 mg，即为恒重。将残渣用 20 mL 盐酸溶液分次移入 50 mL 烧杯中，煮沸 5 min，使用经 105 °C±2 °C 干燥至恒重的砂芯漏斗过滤，并用热水洗涤至滤出物不含氯离子，接着置于 105 °C±2 °C 干燥箱中加热 4 h，取出置于干燥器中冷却至室温，称重。然后再置于 105 °C±2 °C 干燥箱中加热 1 h，取出置于干燥器中冷却至室温，称重。重复上述步骤至前后两次质量差不超过 2 mg，即为恒重。

A.5.4 结果计算

酸不溶灰分以质量分数 w₃ 计，数值以 % 表示，按式 (A.3) 计算：

$$\omega_3 = \frac{m_2 - m_3}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

m_2 ——漏斗和酸不溶灰分的质量，单位为克（g）；

m_3 ——漏斗的质量，单位为克（g）；

m ——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的绝对差值不大于算术平均值的10 %。

A.6 （甲醇+乙醇+异丙醇）的测定

A.6.1 试剂和材料

A.6.1.1 甲醇：色谱纯。

A.6.1.2 乙醇：色谱纯。

A.6.1.3 异丙醇：色谱纯。

A.6.1.4 2-丁醇：色谱纯。

A.6.1.5 蔗糖。

A.6.2 仪器和设备

A.6.2.1 气相色谱仪：配有氢火焰电离检测器和顶空进样器。

A.6.2.2 色谱柱：6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷石英毛细管柱；30 m×0.32 mm×1.8 μm，或相当者。

A.6.3 顶空进样参考条件

A.6.3.1 平衡时间：10 min。

A.6.3.2 平衡温度：70 °C。

A.6.3.3 定量环温度：80 °C。

A.6.3.4 传输线温度：90 °C。

A.6.3.5 进样时间：0.5 min。

A.6.4 参考色谱条件

A.6.4.1 柱温：70 °C。

A.6.4.2 进样口温度：200 °C。

A.6.4.3 检测器温度：280 °C。

A.6.4.4 氢气流速：30 mL/min。

A.6.4.5 空气流速：300 mL/min。

A.6.4.6 进样模式：分流模式，分流比：20:1。

A.6.4.7 载气：氮气。

A.6.4.8 流速：1.5 mL/min。

A.6.5 分析步骤

A.6.5.1 内标溶液制备

准确称取适量 2-丁醇，加水稀释，配制成浓度为 5000 μg/mL 2-丁醇溶液，此为内标溶液。

A.6.5.2 标准储备溶液制备

分别称取甲醇、乙醇和异丙醇于同一容量瓶中，加水稀释，配置成浓度为 5000 μg/mL 的混合标准溶液，此为标准储备液。

A.6.5.3 标准溶液制备

取 1 mL 上述标准储备液和内标溶液于 100 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，混匀，此溶液每毫升含 50 μg 2-丁醇、甲醇、乙醇和异丙醇，此为标准溶液。

A.6.5.4 试样液制备

准确称取 1 g 试样（精确至 0.0001g），加入 5 g 蔗糖混合均匀，转移到装有 90 mL 水的带塞 100 mL 锥形瓶中，加入 1mL 内标溶液，用水稀释至 100 mL，加入磁力搅拌子，在磁力搅拌器上搅拌，直至果胶完全溶解（通常需要 40 min）。

A. 6. 5. 5 测定

取 1 mL 上述试样溶液和 1 mL 标准溶液分别至 10 mL 顶空瓶中。按照上述 A.6.3 和 A.6.4 仪器条件进行分析。

A. 6. 6 结果计算

A. 6. 6. 1 试样液中甲醇、乙醇和异丙醇的总质量 T ，单位为微克（ μg ）计，按式（A.4）计算：

$$T = [M_{MS} \times (R_{MU}/R_{MS}) \times 100] + [M_{ES} \times (R_{EU}/R_{ES}) \times 100] + [M_{IS} \times (R_{IU}/R_{IS}) \times 100] \dots \quad (\text{A.4})$$

式中：

M_S ——1mL标准醇溶液中相对应醇的含量，单位为微克（ μg ）；

R_U ——试样液中相对应醇的峰面积与内标溶液2-丁醇的峰面积之比；

R_S ——标准醇溶液中相对应醇的峰面积与内标溶液中2-丁醇的峰面积之比；

100——稀释倍数。

注：下角标M，E，I分别代表甲醇、乙醇和异丙醇。

A. 6. 6. 2 果胶试样中甲醇、乙醇和异丙醇的总含量以质量分数 w_4 计，数值以%表示，按式（A.5）计算：

$$w_4 = \frac{T}{m \times 10^6} \times 100\% \dots \dots \dots (\text{A.5})$$

式中：

T ——试样液中甲醇、乙醇和异丙醇的总质量，单位为微克（ μg ）；

m ——用于试样液制备的试样量，单位为克（g）；

10^6 ——将试样液中醇的含量由微克（ μg ）折算成克（g）的系数。

附录 B

甲醇、乙醇和异丙醇标准品色谱图

甲醇、乙醇和异丙醇标准品色谱图（50 μg/mL）见图 B.1。

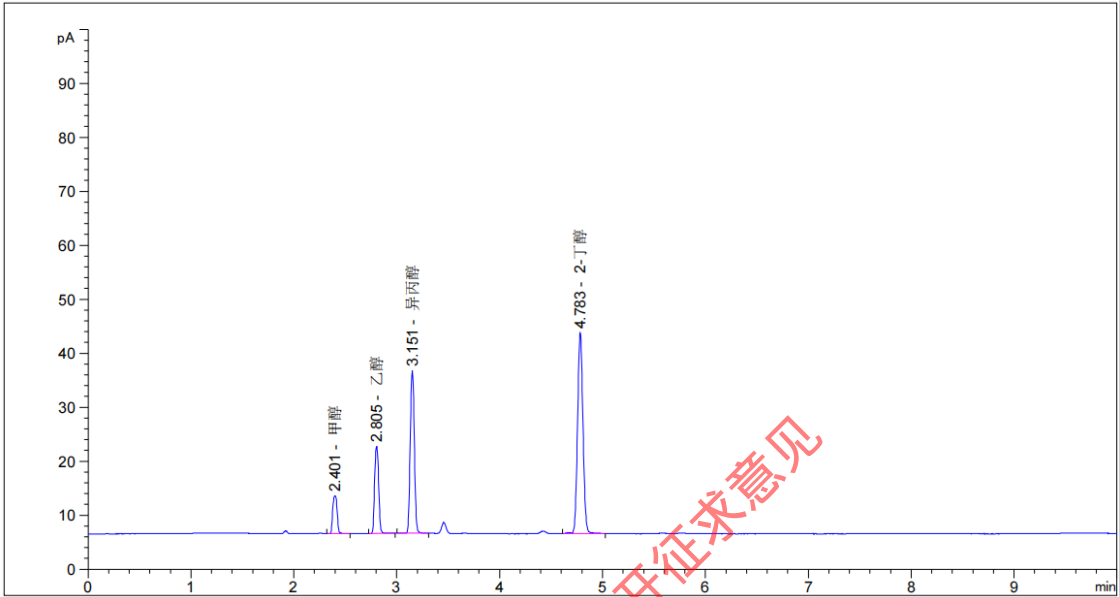


图 B.1 甲醇、乙醇和异丙醇标准品色谱图（50 μg/mL）