



中华人民共和国国家标准

GB 1886.92—2016

食品安全国家标准

食品添加剂 硬脂酰乳酸钠

2016-08-31 发布

2017-01-01 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 硬脂酰乳酸钠

1 范围

本标准适用于由硬脂酸和乳酸,中合成钠盐而制得食品添加剂硬脂酰乳酸钠。

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	奶油色	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下,观察其色泽和状态
状态	粉末或脆性固体	

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
酸值(以 KOH 计)/(mg/g)	60~80	附录 A 中 A.3
钠, $w/\%$	3.5~5.0	附录 A 中 A.4
酯值	120~190	附录 A 中 A.5
总乳酸量, $w/\%$	23.0~34.0	附录 A 中 A.6
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq 2.0	GB 5009.12

附 录 A 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 中规定的三级水。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 之规定制备。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 取试样 1 g,混入水 25 mL 和盐酸 5 mL,加热,脂肪酸被释出,使油状层浮出液体表面。用水层进行钠试验,应呈阳性反应。

A.2.2 取试样 25 g,置于锥形烧瓶中,加入 50 g 浓度为 15% 的氢氧化钾乙醇溶液,回流 1 h,或至皂化完全。冷却,加入 150 mL 水,混匀。溶液至完全皂化后,加入 60 mL 浓度为 0.5 mol/L 的硫酸溶液,加热并不断搅拌至脂肪酸析出并呈透明状清液。用沸水洗涤脂肪酸,至硫酸盐除尽为止,收集于小烧杯中,于蒸汽浴上温热至脂肪酸与水层完全分离,并透明。冷却,弃去水层,将脂肪酸熔融后滤入干燥烧杯中,在 105 °C 下干燥 20 min。该精制脂肪酸的凝固点按常规方法测定应不低于 54 °C。

A.2.3 溶于乙醇和热油脂,能分散于温水中。

A.3 酸值(以 KOH 计)的测定

A.3.1 分析步骤

称取 1 g 试样,置于 125 mL 锥形烧瓶中,加入 25 mL 中性乙醇(在乙醇中加入 1 滴酚酞试液,用 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液中和至粉红色,并保持 30 s 不褪色),加热使试样溶解,冷却至室温,再加 5 滴酚酞试液,然后快速用 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定至呈粉红色,并维持 30 s 不褪色为终点。

A.3.2 结果计算

酸值(以 KOH 计) w_1 毫克每克(mg/g),按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{M \times V \times c}{m} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

M ——氢氧化钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), $[M(\text{KOH})=56.10]$;

V ——滴定时消耗的 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——滴定过程中所用氢氧化钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(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。

A.4 钠的测定

A.4.1 分析步骤

A.4.1.1 镧贮备液的制备

称取 5.86 g 氧化镧(La_2O_3),放入 100 mL 容量瓶中,用水湿润,缓慢加入 25 mL 盐酸,旋转至溶解后用水定容至刻度,混匀。

A.4.1.2 钠贮备液的制备

称取预先在 105 °C 下干燥 2 h 后的氯化钠 1.271 g,放入 500 mL 容量瓶中,用水定容至刻度后,混匀。钠贮备液每毫升含钠 1 mg(1 000 mg/kg Na)。

A.4.1.3 标准溶液的制备

取 3 只 100 mL 容量瓶,各加 10.0 mL 镧贮备液。用微升注射器在第一只容量瓶中加入 0.20 mL 钠贮备液,在第二只中加入 0.40 mL,在第三只中加入 0.50 mL,然后各用水稀释定容后混匀。各容量瓶中每毫升分别含钠 2.0 μg 、4.0 μg 和 5.0 μg 。需当天制备。

A.4.1.4 试样溶液的制备

准确称取 250 mg 试样,放入 30 mL 烧杯中,加 10 mL 热乙醇,溶解后移入 25 mL 容量瓶中,用乙醇洗涤烧杯 2 次,每次 5 mL,洗液并入容量瓶中,再用乙醇定容后混匀。另取镧贮备液 2.5 mL,放入第二只 25 mL 容量瓶中,用微升注射器取第一只容量瓶中的试样乙醇液 0.25 mL,加入第二只容量瓶中,再用水定容后混合。

A.4.2 分析和结果计算

用一适当的原子吸收分光光度计,按仪器规定的操作步骤测定各标准溶液和试样溶液在波长 589 nm 处的吸光度。按各标准溶液不同的钠浓度和吸光度绘制标准曲线,据此求出试样溶液中的钠浓度 c ($\mu\text{g}/\text{mL}$),然后按 2.5 倍钠的浓度求出试样中的钠含量(mg)。

A.4.3 注意事项

在此试验中不能使用常规玻璃仪器,以免被钠污染,必要时,使用适宜的塑料(如聚乙烯)容器。

A.5 酯值的测定

A.5.1 分析步骤

A.5.1.1 试样溶液的制备

A.3 酸值分析中所保留的中和液。

A.5.1.2 测定

取酸值分析中所保留的中和液,加入 10 mL 氢氧化钾乙醇溶液(将 11.2 g 氢氧化钾溶于 250 mL 乙醇中,再用 25 mL 水稀释)。加入 5 滴酚酞指示液,装上冷凝器,回流 2 h,冷却后再加 5 滴酚酞指示液,用 0.05 mol/L 硫酸溶液滴定过量的碱。预先用 10.0 mL 氢氧化钾乙醇溶液做空白试验。

A.5.2 结果计算

酯值 w_2 ,按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{M \times (V_0 - V_1) \times c_1}{m_1} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

M ——氢氧化钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), $[M(\text{KOH})=56.10]$;

V_0 ——滴定试样所消耗 0.05 mol/L 硫酸溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——滴定空白液所消耗 0.05 mol/L 硫酸溶液的体积,单位为毫升(mL);

c_1 ——滴定过程中所使用硫酸溶液的摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m_1 ——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。

A.6 总乳酸量的测定

A.6.1 分析步骤

A.6.1.1 标准储备液的制备

称取 1.067 g 乳酸锂($\text{LiC}_3\text{H}_5\text{O}_3$),用水溶解后定容至 1 000 mL。

A.6.1.2 标准溶液的制备

分别吸取标准储备液 1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL 和 8.0 mL,各放入 100 mL 容量瓶中,用水定容并混合。分别吸取 1.0 mL 上述溶液,置于 5 个试管中,试管中的标准液中的乳酸浓度分别为 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、4 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、6 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 和 8 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

A.6.1.3 试样溶液的制备

准确称取 200 mg 试样,放入 125 mL 锥形烧瓶中,加 0.5 mol/L 氢氧化钾乙醇溶液 10 mL 和水 10 mL,装上空气冷凝器,缓慢回流 45 min,用水约 40 mL 洗涤冷凝器和瓶边,在蒸汽浴上加热至无乙醇气味,加 1:2 稀硫酸 6 mL,加热至脂肪酸融化,然后冷却至约 60 $^{\circ}\text{C}$,加 25 mL 石油醚,缓慢旋动混合物后立即移入分液漏斗,将水层收集于 100 mL 容量瓶中。用水洗涤石油醚层两次,每次 20 mL,洗液并入容量瓶。用水稀释至 100 mL 并混合。取此溶液 1.0 mL,放入 100 mL 容量瓶中,用水定容后混合。

A.6.2 分析和结果计算

吸取 1.0 mL 试样溶液,置于试管中。另取 1.0 mL 水放入试管中作为对照。对此两试管溶液和 A.6.1.2 中 5 个装有标准溶液的试管按如下操作进行处理:

- a) 加入 1 滴硫酸铜试液,迅速加入 9.0 mL 硫酸,缓慢转动,松开试管塞,在 90 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中加热 5 min 后立即在冰水浴中冷却 5 min 至 20 $^{\circ}\text{C}$ 以下,加 3 滴对苯基酚试液,立即摇动,于 30 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中加热 30 min,在这段时间内摇动两次以使试剂分散。
- b) 将试管放入 90 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中维持 90 s,取出后立即放入冰水中迅速冷却至室温。盛于 1 cm 吸收池中,用适当的分光光度计在 570 nm 处测定吸光度。据此对照标准曲线即可求得试样溶液中的乳酸量(μg)。