



中华人民共和国国家标准

GB 1886.179—2016

食品安全国家标准

食品添加剂 硬脂酰乳酸钙

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 硬脂酰乳酸钙

1 范围

本标准适用于由硬脂酸和乳酸为原料,经酯化、中和得到的食品添加剂硬脂酰乳酸钙。

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	白色至微黄色	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,并嗅其气味
状态	粉末	
气味	有特殊气味	

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
钙含量, $w/\%$	1.0~5.2	GB/T 5009.92 原子吸收分光光度法
总乳酸, $w/\%$	15~40	附录 A 中 A.3
酸值(以 KOH 计)/(mg/g)	50~130	GB/T 5530 热乙醇测定法
酯值(以 KOH 计)/(mg/g)	125~190	附录 A 中 A.4
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 2.0	GB 5009.75 或 GB 5009.12

注: 商品化的硬脂酰乳酸钙产品应以符合本标准的硬脂酰乳酸钙为原料,可添加符合食品添加剂质量规格要求的抗氧化剂、酸度调节剂以及作为抗氧化剂载体的丙二醇和乳化剂。

附录 A

检验方法

A.1 一般规定

本标准所用试剂和水在未注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准溶液、杂质测定用标准溶液、制剂和制品在未注明其他要求时,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.2 鉴别试验

A.2.1 钙盐试验

取试样 1 g,加 25 mL 水和 5 mL 盐酸,加热释放出脂肪酸,使油状层浮出液体表面。水层加草酸铵溶液,即产生白色沉淀。此沉淀不溶于乙酸,但溶解于盐酸。用盐酸湿润后的铂丝蘸取试样,在火焰中呈红色。

A.2.2 凝固点试验

取试样 25 g,加热水 200 mL,再加 0.05 mol/L 硫酸溶液 60 mL,边加热边搅拌至脂肪酸析出并呈透明状清液。将水层吸出,加沸水充分洗涤,静置分层后,再将水层吸出,洗涤至无硫酸盐(加 0.1% 甲基橙指示剂不呈红色),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,并澄清透明。冷却,弃去水层,将脂肪酸熔融后过滤至干燥烧杯中,在 105 °C 下干燥 20 min。该精制脂肪酸的凝固点应不低于 54 °C。凝固点按 SN/T 0801.17 规定的方法测定。

A.3 总乳酸的测定

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 乳酸锂。

A.3.1.2 石油醚。

A.3.1.3 硫酸。

A.3.1.4 硫酸溶液:1+2。

A.3.1.5 硫酸铜溶液:20 g/L。

A.3.1.6 对苯基酚溶液:称取对苯基酚 1.5 g 溶于 100 mL 0.125 mol/L 氢氧化钠溶液中(配制时加热助溶,溶解后为澄清溶液),贮于棕色瓶中,4°C 保存。

A.3.1.7 氢氧化钾乙醇溶液:11.2 g 氢氧化钾溶于 250 mL 乙醇中,再用 25 mL 水稀释。

A.3.2 仪器和设备

分光光度计。

A.3.3 分析步骤

A.3.3.1 试样储备液的制备

称取约 0.2 g 试样(精确至 0.000 1 g),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, 在蒸气浴上加热至无乙醇气味, 加硫酸溶液 6 mL, 加热至脂肪酸融化, 然后冷却至约 60 °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。

A.3.3.2 试样溶液的制备

取 1.0 mL 试样储备液, 放入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释并定容。

A.3.3.3 标准储备液的制备

称取 1.067 g 乳酸锂, 用水溶解后定容至 1 000 mL, 量取 10.0 mL, 移入 100 mL 容量瓶中, 再用水稀释并定容。

A.3.3.4 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。这些标准溶液中的乳酸含量分别为每毫升 1 μg、2 μg、4 μg、6 μg 和 8 μg。

A.3.4 测定

分别吸取 1.0 mL 标准溶液系列和试样溶液, 分别放入 6 个试管中。另取 1.0 mL 水放入试管中作为对照。每个试管按如下操作进行: 加入 1 滴硫酸铜溶液, 迅速加入 9.0 mL 硫酸, 缓慢转动, 松开试管塞, 在 90 °C 水浴中加热 5 min 后立即在冰水浴中冷却 5 min 至 20 °C 以下, 加 3 滴对苯基酚溶液, 立即摇动, 于 30 °C 水浴中加热 30 min, 在这段时间内摇动两次以使试剂分散。将试管放入 90 °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, 绘制标准曲线。对照标准曲线即可求得试样溶液中的总乳酸质量(μg)。

A.3.5 结果计算

总乳酸的质量分数 w_1 , 按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{m_0}{1\,000 \times m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

m_0 —— 试样溶液中的总乳酸质量(查标准曲线得到), 单位为微克(μg);

1 000 —— 换算系数;

m —— 试样的质量, 单位为毫克(mg)。

试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 0.5%。

A.4 酯值(以 KOH 计)的测定

A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 硫酸标准滴定溶液: $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.4.1.2 氢氧化钾乙醇溶液: 11.2 g 氢氧化钾溶于 250 mL 乙醇中, 再用 25 mL 水稀释。

A.4.1.3 酚酞指示剂:10 g/L。

A.4.2 分析步骤

A.4.2.1 试样溶液的制备

酸值测定中所保留的中和液。

A.4.2.2 测定

取试样溶液,加入 10 mL 氢氧化钾乙醇溶液,加入 5 滴酚酞指示剂,装上冷凝器,回流 2 h,冷却后再加 5 滴酚酞指示剂,用硫酸标准滴定溶液滴定过量的碱。同时用 10.0 mL 氢氧化钾乙醇溶液做空白试验。

A.4.3 结果计算

酯值(以 KOH 计) w_2 ,按式(A.2)计算:

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

式中:

c —— 滴定过程中所使用硫酸标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_0 —— 空白溶液滴定所消耗硫酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_1 —— 试样溶液滴定所消耗硫酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

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

1 000—— 体积换算系数;

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。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 2 mg/g。