



中华人民共和国国家标准

GB 1886.227—2024

食品安全国家标准

食品添加剂 吗啉脂肪酸盐果蜡

2024-02-08 发布

2024-08-08 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 1886.227—2016《食品安全国家标准 食品添加剂 吗啉脂肪酸盐果蜡》。

本标准与 GB 1886.227—2016 相比,主要变化如下:

- 修改了标准的范围;
- 修改了固形物指标要求;
- 修改了黏度指标要求;
- 将总砷的检验方法修改为 GB 5009.11;
- 将铅的检验方法修改为 GB 5009.12;
- 鉴别试验增加了气相色谱法;
- 修改了固形物的结果计算;
- 修改了灼烧残渣的测定方法和结果计算。

食品安全国家标准
食品添加剂 吗啉脂肪酸盐果蜡

1 范围

本标准适用于以吗啉、食用油脂或脂肪酸(辛酸、癸酸、月桂酸、豆蔻酸、棕榈酸、硬脂酸、油酸)和天然动植物蜡(如棕榈蜡)或天然动植物胶(如紫胶、松香)为原料,在一定温度下反应制成的食品添加剂吗啉脂肪酸盐果蜡。

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	黄棕色、棕褐色	取适量试样,置于清洁、干燥的比色管中,在自然光线下,观察其色泽和状态
状态	透明或半透明乳液	

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
固形物, $w/\%$	$\geq$ 12.0	附录 A 中 A.4
黏度/(Pa·s)	符合声称	附录 A 中 A.5
灼烧残渣, $w/\%$	$\leq$ 0.5	附录 A 中 A.6
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	$\leq$ 1.0	GB 5009.11
铅(Pb)/(mg/kg)	$\leq$ 2.0	GB 5009.12
耐冷稳定性试验	通过试验	附录 A 中 A.7

附录 A 检验方法

A.1 警示

试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时应小心谨慎。必要时,应在通风橱中进行。如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

A.2 一般规定

本标准所用试剂和水,在未注明其他要求时,均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,在未注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602 和 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 吗啉脂肪酸盐的气相色谱鉴别方法

A.3.1.1 方法提要

吗啉脂肪酸盐果蜡中的吗啉脂肪酸盐在酸性条件下水解为吗啉,经气相色谱柱分离,进入氢火焰离子化检测器进行检测分析,以色谱峰保留时间定性。

A.3.1.2 试剂和材料

A.3.1.2.1 试剂

A.3.1.2.1.1 甲醇:色谱纯。

A.3.1.2.1.2 盐酸:36%~38%。

A.3.1.2.1.3 氢氧化钠。

A.3.1.2.1.4 盐酸溶液(3+5,体积比):量取 30 mL 盐酸缓慢加入 50 mL 水中,混匀。

A.3.1.2.1.5 氢氧化钠溶液(600 g/L):称取 60 g 氢氧化钠(精确至 0.1 g),溶于水并稀释至 100 mL,混匀。

A.3.1.2.2 标准品

吗啉标准品(C_4H_9NO ,CAS 号:110-91-8):纯度 $\geq 99\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

A.3.1.2.3 标准溶液制备

吗啉标准溶液(0.5 mg/mL):准确称取 0.05 g 吗啉标准品(精确至 0.000 1 g),用甲醇溶解并转移至 100 mL 容量瓶中,用甲醇稀释至刻度,摇匀。于-20℃下避光保存,有效期为 6 个月。

A.3.1.3 仪器和设备

A.3.1.3.1 气相色谱仪:配有氢火焰离子化检测器(FID)。

A.3.1.3.2 电子天平:感量分别为 0.1 g 和 0.000 1 g。

A.3.1.3.3 恒温水浴装置。

A.3.1.3.4 微孔滤膜(有机相):孔径 0.45 μm 。

A.3.1.4 鉴别步骤

A.3.1.4.1 试样溶液制备

称取约 2 g 试样(精确至 0.1 g),加入 10 mL 盐酸溶液(A.3.1.2.1.4),于 60 $^{\circ}\text{C}$ 水浴加热 10 min,冷却至室温,过滤。取滤液 5 mL,加入 1.5 mL 氢氧化钠溶液(A.3.1.2.1.5),使溶液呈碱性,取一定量的上述溶液与甲醇按体积比 1:3 混匀,过微孔滤膜,滤液为试样溶液。

A.3.1.4.2 空白溶液制备

空白试验除不加试样外,按 A.3.1.4.1 操作进行处理。

A.3.1.4.3 仪器参考条件

仪器参考条件如下:

- a) 色谱柱:Volatile Amine 石英毛细管柱,30 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 5 μm ,或其他等效的色谱柱;
- b) 柱温升温程序:初温 50 $^{\circ}\text{C}$ 保持 1 min,30 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 250 $^{\circ}\text{C}$ 保持 4 min,20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 270 $^{\circ}\text{C}$ 保持 2 min;
- c) 进样口温度:200 $^{\circ}\text{C}$;
- d) 进样方式:分流进样,分流比 1:30,进样量 1 μL ;
- e) 检测器温度:280 $^{\circ}\text{C}$;
- f) 载气:高纯氮气,流量 1.0 mL/min;
- g) 氢气:30 mL/min;
- h) 空气:330 mL/min。

注:本方法提供仪器参考条件为推荐仪器方法条件。操作者可根据实际情况,通过试验选择最佳仪器条件。

A.3.1.4.4 测定

在仪器参考条件(A.3.1.4.3)下,将制备的标准溶液(A.3.1.2.3)、空白溶液(A.3.1.4.2)和试样溶液(A.3.1.4.1)分别注入气相色谱仪中进行测定,记录色谱图。试样溶液与标准溶液的主峰保留时间相比较,变化范围应在 $\pm 0.5\%$ 之内。吗啉标准溶液的气相色谱图参见附录 B 中图 B.1。

A.3.2 吗啉脂肪酸盐的呈色试验鉴别方法

A.3.2.1 方法提要

吗啉脂肪酸盐果蜡中的吗啉脂肪酸盐在酸性条件下水解为吗啉,吗啉呈碱性,经指示剂显色,进行鉴别。

A.3.2.2 试剂和材料

A.3.2.2.1 乙醇:95%。

A.3.2.2.2 盐酸溶液(1+1,体积比):量取 50 mL 盐酸缓慢加入 50 mL 水中,混匀。

A.3.2.2.3 氢氧化钠溶液(200 g/L):称取 20 g 氢氧化钠(精确至 0.1 g),溶于水并稀释至 100 mL,混匀。

A.3.2.2.4 酚酞指示液(10 g/L):称取 1 g 酚酞(精确至 0.1 g),溶于乙醇并稀释至 100 mL,混匀。

A.3.2.3 鉴别步骤

称取约 10 g 试样(精确至 0.1 g),加入 20 mL 盐酸溶液(A.3.2.2.2),于 60 °C 水浴加热 10 min,冷却至室温,分离出固形物 A。在残液中加适量氢氧化钠溶液(A.3.2.2.3),使溶液呈碱性后进行蒸馏。收集馏分,加 1 滴酚酞指示液(A.3.2.2.4),应呈现粉红色。

空白试验除不加试样外,按上述操作进行处理。

A.3.3 动植物蜡和动植物胶的鉴别方法

A.3.3.1 方法提要

根据动植物蜡溶于四氯化碳,动植物胶在硫酸介质中与钼酸铵反应生成绿色配合物进行鉴别。

A.3.3.2 试剂和材料

A.3.3.2.1 四氯化碳。

A.3.3.2.2 钼酸铵。

A.3.3.2.3 硫酸:95%~98%。

A.3.3.3 鉴别步骤

A.3.3.3.1 动植物蜡作为成膜剂的鉴别方法

称取约 1 g A.3.2.3 中固形物 A(精确至 0.1 g)于烧杯中,加 5 mL 四氯化碳,于 60 °C 水浴加热搅拌,固形物 A 溶解。

空白试验除不加试样外,按上述操作进行处理。

A.3.3.3.2 动植物胶作为成膜剂的鉴别方法

称取约 1 g A.3.2.3 中固形物 A(精确至 0.1 g)于烧杯中,加 1 g 钼酸铵(精确至 0.1 g)和 3 mL 硫酸,应呈墨绿色。

空白试验除不加试样外,按上述操作进行处理。

A.4 固形物含量的测定

A.4.1 分析步骤

称取约 2 g 试样(精确至 0.000 1 g),置于灼烧恒重(前后两次称量相差不超过 0.5 mg)的 50 mL 瓷坩埚中,放在电热干燥箱中,于 95 °C ± 2 °C 干燥至恒重(前后两次称量相差不超过 2 mg),得到固形物 B。

A.4.2 结果计算

固形物的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算,数值以%表示:

$$w_1 = \frac{m_3 - m_2}{m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

m_3 ——干燥后残渣和坩埚的总质量,单位为克(g);

m_2 ——坩埚的质量,单位为克(g);

m_1 ——试样的质量,单位为克(g)。

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 0.8%。

A.5 黏度的测定

A.5.1 仪器和设备

旋转式黏度计:适用范围 0.001 Pa·s~10 Pa·s。

A.5.2 分析步骤

将约 400 mL 试样置于直径不小于 70 mm 的烧杯中,选择测定低黏度的最小号转子。调整黏度计的转速为 60 r/min。开动黏度计的电动机,20 s~30 s 后,依照仪器操作说明读数。取 3 次读数的平均值为测定结果。测定试样的温度为 20 °C ±0.2 °C。

A.6 灼烧残渣的测定

A.6.1 分析步骤

于 A.4.1 的固形物 B 中加入 0.25 mL 硫酸,在电炉上加热(勿使沸腾),直至样品完全挥发或炭化。在电炉上继续加热至硫酸蒸气逸尽。转入高温炉,于 500 °C~600 °C 灼烧至恒重(前后两次称量相差不超过 0.5 mg)。

A.6.2 结果计算

灼烧残渣的质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算,数值以%表示:

$$w_2 = \frac{m_4 - m_2}{m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

m_4 ——灼烧后残渣和坩埚的总质量,单位为克(g);

m_2 ——坩埚的质量,单位为克(g);

m_1 ——试样的质量,单位为克(g)。

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 0.03%。

A.7 耐冷稳定性试验

取两支 50 mL 纳氏比色管,分别装入试样至刻度。一支放入低温浴槽内,于 -2 °C ±0.2 °C 保持 4 h 后取出,回升到室温。另一支室温存放。

目测两支比色管中的试验溶液,其透明度应无明显差异,即为通过试验。

附 录 B
吗啉标准溶液的参考气相色谱图

吗啉标准溶液(0.5 mg/mL)的参考气相色谱图见图 B.1。

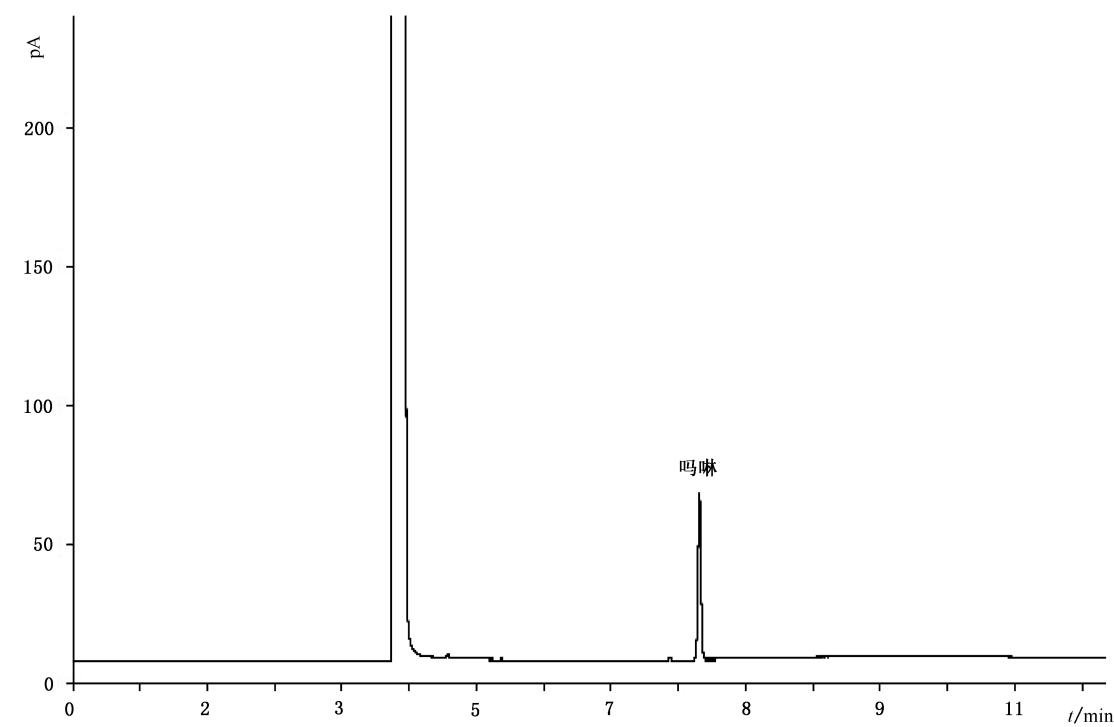


图 B.1 吗啉标准溶液(0.5 mg/mL)的参考气相色谱图