

中华人民共和国国家标准

GB 25538—2010

食品安全国家标准
食品添加剂 双乙酸钠

2010-12-21 发布

2011-02-21 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

本标准的附录A为规范性附录。

食品安全国家标准

食品添加剂 双乙酸钠

1 范围

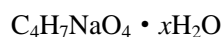
本标准适用于由乙酸和碳酸钠反应制得的食品添加剂双乙酸钠。

2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

3 分子式和相对分子质量

3.1 分子式



3.2 相对分子质量

142.09（无水物）（按 2007 年国际相对原子质量）

4 技术要求

4.1 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 | 取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，观察其色泽和组织状态，并嗅其味。 |
| 气味 | 有乙酸味 | |
| 组织状态 | 吸湿性结晶固体 | |

4.2 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 |
|----------------|-----------|------------------------|
| 游离乙酸（以干基计），w/% | 39.0~41.0 | 附录 A 中 A.3 |
| 乙酸钠（以干基计），w/% | 58.0~60.0 | 附录 A 中 A.4 |
| pH | 4.5~5.0 | 附录 A 中 A.5 |
| 水分，w/% | ≤ 2.0 | GB/T 6283 ^a |
| 易氧化物，w/% | ≤ 0.2 | 附录 A 中 A.6 |
| 铅（Pb）（mg/kg） | ≤ 2 | GB 5009.12 |

^a称样量为 1 g~2g。

附 录 A

(规范性附录)

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—2008中规定的水。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的规定制备。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 取铂丝，蘸取盐酸，在无色火焰上燃烧呈无色后，蘸取试样，在无色火焰中燃烧，火焰即显亮黄色。

A.2.2 将试样配成100mg/mL的水溶液，与硫酸及乙醇共热时，产生乙酸乙酯的特殊气味。试样的中性水溶液遇氯化铁溶液（90g/L），呈深红色。

A.3 游离乙酸的测定

A.3.1 试剂和材料

- a) 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=1\text{mol/L}$ 。
- b) 酚酞指示液：10g/L。

A.3.2 分析步骤

称取约4g试样（精确至0.000 1g），置于250mL锥形瓶中，加入50 mL水，使试样完全溶解。加入2滴酚酞指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色，保持30s不退色即为终点。记下所消耗氢氧化钠标准滴定溶液的毫升数。

A.3.3 结果计算

游离乙酸的含量按公式（A.1）计算。

$$X_1 = \frac{V_1 \times c \times 0.06005}{m_1 \times (1 - X_0)} \times 100\% \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中：

X_1 ——游离乙酸的含量（以干基计），%；

V_1 ——试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

0.06005——与 1.00mL 氢氧化钠标准滴定溶液[$c(\text{NaOH})=1.00\text{mol/L}$]相当的以克表示的乙酸的质量；

m_1 ——试样的质量，单位为克（g）。

X_0 ——实测试样中水分的含量，%

检测结果以平行测定结果的算术平均值为准。两次平行测定结果之差不大于 0.2%。

A.4 乙酸钠的测定

A.4.1 自动电位滴定法（方法一）

A.4.1.1 试剂和材料

a) 邻苯二甲酸氢钾：基准试剂。

b) 冰乙酸。

c) 高氯酸标准滴定溶液： $c(\text{HClO}_4)=0.1\text{mol/L}$ ，按GB/T 601—2002中规定的方法(方法一)配制，按下法标定：

称取约0.36g(精确至0.000 1g)于105℃~110℃的烘箱中干燥至恒重的基准试剂邻苯二甲酸氢钾，置于干燥的滴定杯中，加入40mL冰乙酸，搅拌，溶解。用配制好的高氯酸标准滴定溶液滴定，用电位滴定仪确定滴定终点。

平行测定两次结果的算术平均值为测定结果。同时记录高氯酸标准滴定溶液的温度值 t 。

电位滴定仪按公式(A.2)自动计算高氯酸标准滴定溶液的浓度：

$$c_{(\text{HClO}_4)} = \frac{m_2 \times 1000}{V_2 \times M} \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

式中：

$c_{(\text{HClO}_4)}$ ——高氯酸标准滴定溶液的标定浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

m_2 ——邻苯二甲酸氢钾的质量，单位为克 (g)；

V_2 ——消耗高氯酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

M ——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量，单位为克每摩尔 (g/mol) [$M(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4)=204.22$]。

两次平行测定结果之差不大于0.2%。

A.4.1.2 仪器和设备

a) 电位滴定仪：自动电位滴定仪或相当精度的其他仪器。

b) 复合玻璃电极：非水相酸碱滴定玻璃电极，使用Ag/AgCl或甘汞电极作为参考，测量范围±2050.0mV，分辨率0.1mV，最大允许误差0.1%。或相当精度的其他电极。

A.4.1.3 分析步骤

A.4.1.3.1 准备

使用高氯酸标准滴定溶液时的温度应与标定时温度相同，若温度不相同，应将高氯酸标准滴定溶液的浓度按公式(A.3)修正到使用温度下的浓度，并输入仪器中。

$$c_1(\text{HClO}_4) = \frac{c}{1 + 0.0011 \times (t_1 - t)} \dots\dots\dots (\text{A.3})$$

式中：

c_1 ——使用时高氯酸标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

c ——标定温度下高氯酸标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

0.0011——高氯酸标准滴定溶液每改变1℃时的体积膨胀系数；

t_1 ——使用时高氯酸标准滴定溶液的温度，单位为摄氏度(℃)；

t ——标定高氯酸标准滴定溶液的温度，单位为摄氏度(℃)。

A.4.1.3.2 测定

称取约0.25g试样(精确至0.0001g)，置于干燥的滴定杯中，加入40mL冰乙酸，搅拌，溶解，

此为试样液。用高氯酸标准滴定溶液滴定试样液，用电位滴定仪确定滴定终点。

A. 4. 1. 4 结果计算

乙酸钠的含量按公式 (A.4) 计算：

$$X_4 = \frac{V_4 \times c_4 \times 0.08203}{m_4 \times (1 - X_0)} \times 100\% \dots\dots\dots (A.4)$$

式中：

X_4 ——乙酸钠的含量（以干基计），%；

V_4 ——滴定试样消耗高氯酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c_4 ——高氯酸标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

0.08203——与1.00mL高氯酸标准滴定溶液 [$c(\text{HClO}_4)=1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的乙酸钠的质量；

m_4 ——试样的质量，单位为克（g）；

X_0 ——实测试样中水分的含量，%。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果之差不大于0.2%。

A. 4. 2 pH计法（方法二）

A. 4. 2. 1 试剂和材料

a) 冰乙酸。

b) 高氯酸标准滴定溶液： $c(\text{HClO}_4)=0.1\text{mol/L}$ ，按 GB/T 601—2002 中规定的方法（方法一）配制并标定。

A. 4. 2. 2 仪器和设备

a) pH计。

b) 玻璃电极及甘汞电极。

c) 磁力搅拌器。

A. 4. 2. 3 分析步骤

称取约0.48g试样（精确至0.0001g），置于一个200mL的干燥烧杯中，加入50 mL冰乙酸，置于磁力搅拌器上搅拌溶解，此为试样液。将pH计的玻璃电极及甘汞电极浸入试样液的适当位置，用高氯酸标准滴定溶液滴定，接近滴定终点前后1mL~2mL内，每滴加0.1mL高氯酸标准滴定溶液，就测一次电动势，记下消耗高氯酸标准滴定溶液的毫升数和相应的电动势，用二次微商法计算滴定终点时消耗的高氯酸标准滴定溶液的体积。

注：滴定过程应在通风橱中进行。

A. 4. 2. 4 结果计算

乙酸钠的含量按公式 (A.5) 计算。

$$X_5 = \frac{V_5 \times c_5 \times 0.08203}{m_5 \times (1 - X_0)} \times 100\% \dots\dots\dots (A.5)$$

式中：

X_5 ——乙酸钠的含量（以干基计），%；

V_5 ——滴定试样消耗高氯酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c_5 ——高氯酸标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

0.08203——与 1.00mL 高氯酸标准滴定溶液[$c(\text{HClO}_4)=1.000\text{mol/L}$]相当的以克表示的乙酸钠的质量；

m_5 ——试样的质量，单位为克（g）。

X_0 ——实测试样中水分的含量，%。

检测结果以平行测定结果的算术平均值为准。两次平行测定结果之差不大于 0.2%。

A.5 pH的测定

称取约 5 g（精确至 0.01g）试样于 100 mL 烧杯中，加 50 mL 无二氧化碳的水溶解，混匀，用 pH 计测定。

A.6 易氧化物的测定

A.6.1 试剂和材料

a) 高锰酸钾标准滴定溶液： $c(1/5\text{KMnO}_4)=0.1\text{mol/L}$ 。

b) 硫酸溶液：1mol/L。

A.6.2 分析步骤

称取约 1g 试样（精确到 0.0001g），置于一个锥形瓶中，加入 50mL 水溶解，再加入 10mL 硫酸溶液。将溶液在电炉上加热至 $70^\circ\text{C}\sim 80^\circ\text{C}$ ，用高锰酸钾标准滴定溶液滴定，使溶液呈微红色，保持 15s 不褪色，即为滴定终点。记下高锰酸钾标准滴定溶液消耗的体积（mL）。

A.6.3 结果计算

易氧化物（以甲酸计）的含量按公式（A.6）计算：

$$X_6 = \frac{c_6 \times V_6 \times 0.02301}{m_6} \times 100\% \dots\dots\dots (\text{A.6})$$

式中：

X_6 ——易氧化物的含量，%；

c_6 ——高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_6 ——高锰酸钾标准滴定溶液滴定消耗的体积，单位为毫升（mL）；

0.02301——与 1.00mL 高锰酸钾标准滴定溶液[$c(1/5\text{KMnO}_4)=1.000\text{mol/L}$]相当的以克表示的甲酸的质量；

m_6 ——试样的质量，单位为克（g）。

检测结果以平行测定结果的算术平均值为准。两次平行测定结果之差不大于 0.05%。