



中华人民共和国国家标准

GB 25533—2010

食品安全国家标准
食品添加剂 果胶

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，附录B为资料性附录。

食品安全国家标准

食品添加剂 果胶

1 范围

本标准适用于以柚子、柠檬、柑橘、苹果等水果的果皮或果渣以及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。商品化的果胶产品可含有用于标准化目的的糖类和用于控制 pH 值的缓冲盐类。

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 技术要求

3.1 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、淡黄色、浅灰色或浅棕色	取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，观察其色泽和外观。
组织状态	粉末	

3.2 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
干燥减量, w/%	≤ 12	GB 5009.3 直接干燥法 ^a
二氧化硫/(mg/kg)	≤ 50	GB/T 5009.34
酸不溶灰分, w/%	≤ 1	附录 A 中 A.3
总半乳糖醛酸, w/%	≥ 65	附录 A 中 A.4
酰胺化度(仅限酰胺化果胶), w/%	≤ 25	附录 A 中 A.4
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 5	GB 5009.12
(甲醇+乙醇+异丙醇) ^b , w/%	≤ 1.0	附录 B

^a干燥温度和时间分别为 105℃和 2h。

^b仅限于非乙醇加工的产品。

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 称取1g样品,加40mL水,不断搅拌,经加热后冷却,应形成黏稠状液体或凝胶。

A.2.2 吸取5mL样品溶液(质量分数为1%),加入1mL氢氧化钠溶液(2g氢氧化钠溶于25mL水中),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.2.3 在上述A.2.2的凝胶或半凝胶沉淀中加入1mL盐酸溶液(1+1),形成无色凝胶,煮沸时则形成絮状沉淀。

A.3 酸不溶灰分的测定

A.3.1 试剂和材料

盐酸溶液:量取 240mL 盐酸,用水稀释至 1000mL。

A.3.2 分析步骤

称取 1g~4g 试样(精确至 0.01g),用小火缓缓加热至完全炭化,置于高温炉,在 550℃~600℃灼烧至恒重。将灼烧残渣移入 50 mL 烧杯中,缓缓加入 20 mL 盐酸溶液,煮沸 5min,用恒重的砂芯漏斗过滤,并用热水洗涤至滤出物不含氯离子,然后置于 105℃±2℃干燥箱中烘干至恒重。

A.3.3 结果计算

酸不溶灰分的含量按公式(A.1)计算:

$$X_1 = \frac{m_3 - m_2}{m_1} \times 100 \% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

X_1 ——试样中酸不溶灰分的含量, %;

m_3 ——漏斗加酸不溶灰分的质量,单位为克(g);

m_2 ——漏斗的质量,单位为克(g);

m_1 ——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.4 总半乳糖醛酸和酰胺化度的测定

A.4.1 试剂和材料

a) 无水乙醇;

- b) 盐酸标准滴定溶液：0.5mol/L 和 0.1mol/L；
- c) 氢氧化钠标准滴定溶液：0.1mol/L 和 0.05 mol/L；
- d) 盐酸-乙醇溶液：5mL 盐酸溶液（2.7mol/L）与 100mL 乙醇溶液（3+2）混合；
- e) 乙醇溶液：3+2；
- f) 氢氧化钠溶液：0.5mol/L 和 0.125mol/L；
- g) 氢氧化钠溶液：100g/L；
- h) 克拉克溶液：称取 100g 硫酸镁（ $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ）于烧杯中，加入 0.8mL 硫酸，加水至总量为 180mL；
- i) 甲基红指示剂：1g/L；
- j) 酚酞指示剂：10 g/L。

A. 4. 2 分析步骤

A. 4. 2. 1 称取5g试样（精确至0.0001g），置于烧杯中，加入100mL盐酸-乙醇溶液，搅拌10min。用干燥至恒重（ m_0 ）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15mL，再用乙醇溶液数次冲洗直至滤出物不含氯离子，最后用20mL无水乙醇冲洗滤干，在105℃下干燥2h，冷却后称重（ m_1 ）。

A. 4. 2. 2 准确称取1/10干燥后的样品，移入一个250mL具塞锥形烧瓶中，用2mL无水乙醇湿润。加入100mL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0.1mol/L氢氧化钠标准滴定溶液滴定，滴定至粉红色30s不退色为终点，记录下所消耗的0.1mol/L氢氧化钠标准滴定溶液的体积 V_1 （初始滴定度）。加入20.0mL 0.5mol/L氢氧化钠溶液，加上瓶塞，用力振摇后静置15min，加入20.0mL 0.5mol/L盐酸标准滴定溶液，振摇至粉红色消失，然后用0.1mol/L氢氧化钠标准滴定溶液滴定，用力振摇至弱粉红色30s不退色为终点。记录下所消耗的0.1mol/L氢氧化钠标准滴定溶液的体积 V_2 （皂化滴定度）。定量移烧瓶中内容物至带有凯氏定氮球和水冷冷凝器的500mL蒸馏瓶中，冷凝器的导出管伸到装有150mL去除二氧化碳的水和20mL 0.1mol/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20mL氢氧化钠溶液（100g/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80mL~120mL的馏出液为止。向接收瓶中加入几滴甲基红指示剂，然后用0.1mol/L氢氧化钠标准滴定溶液滴定过量的酸，滴定至亮黄色30s不退色为终点，记录下所消耗的0.1mol/L氢氧化钠标准滴定溶液的体积 S 。用20.0mL 0.1mol/L盐酸标准滴定溶液做空白测定，记录下所用0.1mol/L盐酸标准滴定溶液体积 B 。记录下酰胺滴定度（ $B-S$ ）为 V_3 。

A. 4. 2. 3 准确称取1/10干燥后的样品于50mL烧杯中，用2mL无水乙醇湿润，加25mL 0.125mol/L氢氧化钠溶液使之溶解。静置1h，在室温下搅拌，将此皂化样品移到50mL容量瓶中，以水定容。量取20mL此稀释液于蒸馏装置中，加入克拉克溶液20mL（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15mL馏出液，然后提供蒸汽继续蒸馏并用200mL烧杯收集150mL馏出液。定量混合两次馏出液，用0.05mol/L氢氧化钠标准滴定溶液滴定至pH为8.5，记录所消耗的0.05mol/L氢氧化钠标准滴定溶液的体积 A 。同时以20mL 水为空白，用0.05mol/L氢氧化钠标准滴定溶液滴定至pH为8.5，记录所消耗的0.05mol/L氢氧化钠标准滴定溶液的体积 A_0 。记录醋酸酯滴定度（ $A - A_0$ ）为 V_4 。

A. 4. 3 结果计算

A. 4. 3. 1 总半乳糖醛酸的含量 X_2 按公式（A.2）计算，非酰胺化果胶 V_3 、 V_4 为零。

$$X_2 = \frac{19.41 \times (V_1 + V_2 + V_3 - V_4)}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

X_2 ——总半乳糖醛酸的含量, %;

V_1 ——初始滴定度, 单位为毫升 (mL);

V_2 ——皂化滴定度, 单位为毫升 (mL);

V_3 ——酰胺滴定度 (B-S), 单位为毫升 (mL);

V_4 ——醋酸酯滴定度 ($A - A_0$), 单位为毫升 (mL);

m ——试样干燥并去灰分后的总质量的 1/10, 即 $\left[\frac{1}{10}(m_1 - m_0) \right]$, 单位为毫克 (mg)。

A. 4. 3. 2 对于酰胺化果胶, 酰胺化度 X_3 按公式 (A.3) 计算:

$$X_3 = \frac{V_3}{V_1 + V_2 + V_3 - V_4} \times 100\% \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

X_3 ——酰胺化果胶占总量的质量分数 (酰胺化度), %;

V_3 ——酰胺滴定度 (B-S), 单位为毫升 (mL);

V_1 ——初始滴定度, 单位为毫升 (mL);

V_2 ——皂化滴定度, 单位为毫升 (mL);

V_4 ——醋酸酯滴定度 ($A - A_0$), 单位为毫升 (mL)。

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%。

附录 B

(资料性附录)

甲醇、乙醇和异丙醇的测定

B.1 试剂和材料

- a) 正丙醇：色谱纯。
- b) 甲醇：色谱纯。
- c) 乙醇：色谱纯。
- d) 尿素。
- e) 饱和草酸溶液。
- f) 亚硝酸钠溶液：250mg/mL。

B.2 仪器和设备

- a) 气相色谱仪：配有氢火焰电离检测器。
- b) 色谱柱：90cm×4mm（内径）玻璃柱或等同功效柱子，前 15cm 柱子填充 Chromopack 或其他等同物，剩余段柱子填充 120 μ m~106 μ m 的 Porapak R 或其他等同物。

B.3 参考色谱条件

- a) 柱温：150 $^{\circ}$ C 等温。
- b) 进样口温度：250 $^{\circ}$ C。
- c) 载气：氮气或氦气。
- e) 流速：80mL/min。

B.4 分析步骤

B.4.1 内标溶液制备

准确称取适量正丙醇，配制成浓度为 0.05mg/mL 正丙醇溶液，此为内标溶液。

B.4.2 标准醇溶液制备

使用微量移液管，分别移取 50mg 甲醇（63.21 μ L）、乙醇（63.35 μ L）和异丙醇（63.65 μ L），转移至一个 1000mL 容量瓶中，加水稀释并定容至刻度。

B.4.3 试样液制备

准确称取 100 mg 试样（精确至 0.001g），溶于 10 mL 水中。

注意：如需要的话，可使用氯化钠作为分散剂。

B.4.4 测定

准确称取 200mg 尿素，转移至一个 25mL 琥珀色小玻璃瓶（Reacti 瓶或等效产品）中，用氮气吹洗 5min，然后加入 1mL 饱和草酸溶液，用橡胶塞封盖并旋转。加入 1mL 试样液和 1mL 内标溶液，同时按下秒表计时($t=0$)。将小玻璃瓶旋转并重新换上一个装有硅橡胶隔片的开放式螺旋帽，旋转至

$t=30s$ 。当 $t=45s$ 时，透过隔片向小玻璃瓶内注射 0.5mL 亚硝酸钠溶液。继续旋转至 $t=70s$ ，当 $t=150s$ 时，用压力锁定注射器（Precision Sampling 公司产品或等效产品）透过隔片吸出 1.0mL 顶空样。将顶空样注射入气相色谱仪的进样口，进行色谱分析。

用 1mL 标准醇溶液代替 1mL 试样液，重复上述操作过程。用 B.5 中的公式计算出果胶试样中甲醇、乙醇和异丙醇的总含量。

B.5 结果计算

B.5.1 1mL 试样液中甲醇、乙醇和异丙醇的总质量按公式 (B.1) 计算：

$$T = [V_{MS} \times (R_{MU} / R_{MS}) \times 0.791] + [V_{ES} \times (R_{EU} / R_{ES}) \times 0.7893] + [V_{IS} \times (R_{IU} / R_{IS}) \times 0.7855] \dots \quad (\text{B.1})$$

式中：

T ——1mL 试样液中甲醇、乙醇和异丙醇的总质量，单位为毫克 (mg)；

V_S ——1mL 标准醇溶液中相对应醇的体积，单位为微升 (μL)；

R_U ——试样液中相对应醇的峰面积与内标溶液中正丙醇的峰面积之比；

R_S ——标准醇溶液中相对应醇的峰面积与内标溶液中正丙醇的峰面积之比；

0.791——甲醇的密度，单位为克每毫升 (g/mL)；

0.7893——乙醇的密度，单位为克每毫升 (g/mL)；

0.7855——异丙醇的密度，单位为克每毫升 (g/mL)。

注：下角标 M, E, I 分别代表甲醇、乙醇和异丙醇。

B.5.2 果胶试样中甲醇、乙醇和异丙醇的总含量按公式 (B.2) 计算：

$$X_4 = \frac{1000T}{M} \dots \dots \dots \quad (\text{B.2})$$

式中：

X_4 ——果胶试样中甲醇、乙醇和异丙醇的总含量，%；

M ——用于试样液制备的试样量，单位为毫克 (mg)。