

食 品 添 加 剂
羧 甲 基 纤 维 素 钠
Food additive
Sodium carboxymethyl cellulose

GB 1904-89
代替 GB 1904-80

本标准规定了食品添加剂羧甲基纤维素钠的技术要求、试验方法、检验规则以及关于包装、标志、贮存和运输的各项要求。

本标准适用于以纤维素、烧碱及氯乙酸或其钠盐制得的羧甲基纤维素钠。其水溶液具有粘性,在食品加工工业中用作增稠剂。

$$\begin{array}{c}
 \diagup \quad \text{H} \quad \quad \quad \text{OR} \quad \diagdown \\
 | \quad \quad \quad \text{-----} \quad \quad | \\
 | \quad \quad \diagup \text{OR} \quad \quad \text{H} \quad \diagdown \\
 | \text{-O-} \text{H} \quad \quad \quad \text{H-} | \\
 | \quad \quad \diagdown \text{H} \quad \quad \diagup \\
 | \quad \quad \quad \text{-----} \quad \quad | \\
 | \quad \quad \text{CH}_2\text{OR} \quad \quad \text{O} \quad | \text{ n} \\
 \diagdown \quad \quad \quad \diagup
 \end{array}
 \quad \text{式中: } \text{R}=\text{H} \text{ 或 } \text{CH}_2\text{COONa}$$

分子量: $n = 100$ 时, ≥ 17000

GB 601	化学试剂	标准溶液制备方法
GB 602	化学试剂	杂质标准溶液制备方法
GB 603	化学试剂	制剂及制品制备方法
GB 8450	食品添加剂	剂中砷的测定方法

3.1 外观: 白色或微黄色纤维状粉末。

3.1 羧甲基纤维素钠应符合下列要求。

指 标 名 称	指 标		
	FH6 特高型	FH6 型	FM6 型
2%水溶液粘度,mPa·s ≥	1 200	800~1 200	300~800
钠含量(Na),%	6.5~8.5	6.5~8.5	6.5~8.5
pH 值	6.0~8.5	6.0~8.5	6.0~8.5
干燥减量,%, ≤	10.0	10.0	10.0

氯化物(以 Cl ⁻ 计),%	≤	1.8	1.8	1.8
重金属(以 Pb 计),%	≤	0.002	0.002	0.002
铁(Fe),%	≤	0.03	0.03	0.03
砷(As),%	≤	0.0002	0.0002	0.0002

注：FH6 特高为特高粘度；FH6 为高粘度；FM6 为中粘度。

4 试验方法

本标准所用的试剂和水,在没有其他特殊要求时,均使用符合现行国家标准或专业标准的分析纯试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

4.1 鉴别

4.1.1 试剂和溶液

- 盐酸；
- 硫酸铜：1%溶液。

4.1.2 试验溶液的制备

取 2g 试样,置于 100ml 温热水中,搅拌均匀,继续搅拌至胶状,冷却至室温。

4.1.3 鉴别方法

- 取上述试液 30mL(4.1.2),加入 3mL 盐酸,产生白色沉淀。
- 取上述试液 50mL,加入 10mL 硫酸铜溶液(4.1.1b),产生绒毛状淡蓝色沉淀。
- 用盐酸湿润铂丝,先无色火焰上灼烧至无色,再蘸取试液少许,在无色火焰中燃烧,火焰即呈鲜黄色(钠离子反应)。

4.2 粘度的测定

4.2.1 仪器

- 依米拉(Emila)或同类型旋转式粘度计；
- 恒温水浴；
- 125mL 磨口瓶。

4.2.2 测定步骤

准确称取经过 105℃烘箱干燥 2h 之 2g 试样(准确至 0.001g),移入 125mL 带塞磨口瓶内(4.2.1.3),再加 98mL 蒸馏水,在温热条件下,使试样全部溶解均匀,放置 5~10h 后,放入恒温水浴内(4.2.1.2),溶液温度控制在 25±0.5℃,然后用旋转式粘度计(4.2.1.1)测定其绝对粘度。

4.3 钠含量的测定

4.3.1 试剂和溶液

- 无水乙醇；
- 硫酸标准溶液：c(1/2H₂SO₄)= 0.1mol/L；
- 氢氧化钠标准溶液：C (NaOH)= 0.1mol/L；
- 甲基红：0.1%(m/V)乙醇溶液。

4.3.2 仪器

- G2 或 G3 砂芯玻璃过滤坩埚；
- 20~25mL 蒸发皿。

4.3.3 测定步骤

称取 1.5g 试样于 G2 或 G3 砂芯玻璃过滤坩埚内,然后加入预先加热至 50~70℃的 80 %

(V/V)乙醇溶液。连续五次洗滤可溶性盐,每次加满砂芯玻璃过滤坩埚。根据其可溶性盐的多少,可适当增减洗滤次数,最后一次洗滤后,加入无水乙醇 (4.3.1.1),滤完后将试样移入扁型称量瓶内,开盖后移入 120℃烘箱干燥 2h(烘至 1h 左右时,将称量瓶内试样轻轻敲松)。烘完后,加盖移入干燥器内冷却,并迅速称其质量 m (称准至 0.0002g),移入 20~25mL 蒸发皿(4.3.2.2)中,放入高温炉灼烧。当升温至 700℃(±25℃)时,即关闭电门,冷却至 200℃以下,移入 250mL 烧杯内,加 100mL 水、50mL 硫酸标准溶液(4.3.1.2),并将烧杯在电炉上加热,缓缓沸腾 10min,加 2~3 滴甲基红指示液(4.3.1.4),稍冷,用氢氧化钠标准溶液(4.3.1.3)滴定至红色恰褪。

4.3.4 结果的表示和计算

钠百分含量(X1)按式(1)计算:

$$X1 = \frac{(c1V1 - c2V2) \times 0.023}{m} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中: $c1$ ——硫酸标准溶液(4.3.1.2)的浓度, mol/L;

$V1$ ——加入硫酸标准溶液的体积,mL;

$c2$ ——氢氧化钠标准溶液(4.3.1.3)的浓度,mol/L;

$V2$ ——消耗氢氧化钠标准溶液的体积,mL;

m ——试样质量,g;

0.023——与 1.00mL 硫酸标准溶液 ($c(1/2H_2SO_4) = 1.000\text{mol/L}$) 相当的钠以克表示的质量。

两次平行测定结果相对误差不大于 1%。

4.4 pH 值测定

1%试样水溶液,用 pH 试纸或 pH 计测定 pH 值。

4.5 干燥减量的测定

4.5.1 测定步骤

称取 3~5g 试样(准确至 0.001g),置于已知质量的清洁、干燥的扁型称量瓶内,开盖后放入 105℃烘箱中干燥 2h,取出加盖后,放入干燥器中冷却至室温称量。

4.5.2 结果的表示和计算

干燥减量百分含量(X2)按式(2)计算:

$$X2 = \frac{m1 - m2}{m1} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中: $m1$ ——干燥前试样质量,g;

$m2$ ——干燥后试样质量,g。

两次平行测定结果相对误差不大于 5%。

4.6 氯化物测定

4.6.1 试剂和溶液

4.6.1.1 硝酸银标准溶液: $c(\text{AgNO}_3) = 0.1\text{mol/L}$;

4.6.1.2 30%过氧化氢;

4.6.1.3 无水乙醇

4.6.1.4 铬酸钾: 5%溶液;

4.6.2 测定步骤

称取 1g 经干燥的试样 (称准至 0.0002g), 置于 250mL 锥形瓶中, 加少量无水乙醇 (4.6.1.3)湿润,并速加入 150mL 水、5mL 过氧化氢(4.6.1.2)。加热至试样全部溶解并缓和沸腾 10min,冷却至室温,用稀硝酸中和(3.5pH 指示酸性时,先用碳酸钠溶液使之变成弱碱性,然后用稀硝酸中和),加 2mL 铬酸钾溶液(4.6.1.4),用硝酸银标准溶液(4.6.1.1)滴定至恰显砖红色。

4.6.3 结果计算

氯化物(以 Cl-计)百分含量(X3)按式(3)计算:

$$X3 = \frac{c \cdot V \times 0.0355}{m} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中:c——硝酸银标准溶液(4.6.1.1)浓度,mol/L;

V——加入硝酸银标准(4.6.1.1)溶液的体积, mL;

m——试样质量,g;

0.0355——与 1.00mL 硝酸银标准溶液 (c(AgNO₃)=1.000mol/L) 相当的氯离子以克表示的质量。

4.7 重金属的测定

4.7.1 试剂和溶液

4.7.1.1 铅标准溶液(1mL 含 0.01mgPb);

4.7.1.2 冰乙酸: 1:4 溶液;

4.7.1.3 硫化钠: 10%溶液。

4.7.2 测定步骤

称取 2g 经干燥的试样(称准至 0.0002g),置于蒸发皿中,碳化后,用不高于 500℃的温度加热灰化,然后,加 2mL 盐酸,在水浴上使它蒸发干涸,把残留物溶解于 4mL 稀乙酸 (4.7.1.2)和 20mL 水中,必要时加以过滤。把滤纸上的残留物每次用 5mL 水洗涤,共洗涤三次。合并滤液及洗涤液,稀释至 50mL,取其中 25ml 作为试验溶液。

标准管溶液配制: 另取纳氏比色管加入 2mL 铅标准溶液(4.7.1.1),再加入与样品管中相同量的水及乙酸溶液。在试验溶液和标准溶液中各加上两滴硫化钠溶液(4.7.1.3),很快地加以混合,放置 5min 后,两管都以白色为背景,从上方和侧面观察,样品管内溶液所呈颜色不得深于标准管内溶液的颜色。

4.8 铁的测定

4.8.1 试剂和溶液

4.8.1.1 铁标准溶液(1mL 含 0.01mgFe);

4.8.1.2 硫氰酸铵: 2%溶液;

4.8.1.3 高锰酸钾: 0.01%溶液。

4.8.2 测定步骤

称取 1g 经干燥的试样(称准至 0.001g),置于白金坩埚中炽灼灰化后,冷却,加 5mL 盐酸使之溶解,加水过滤于纳氏比色管中,滤液与洗液合并,滴加高锰酸钾溶液(4.8.1.3)至呈紫色不褪,加 5mL 硫氰酸铵溶液(4.8.1.2),稀释至 50mL,所呈颜色不得深于标准。

标准是取 30mL 铁标准溶液(4.8.1.1),与试样同时、同样处理。

4.9 砷的测定

按 GB 8450 进行测定。称取 5g 样品(准至 0.001g)按“湿法消解法”处理,用砷斑法进行比色。测定时取 10mL 试样溶液(相当于 1g 样品)与 0.2mL 砷标准溶液(相当于 2μg)比较。

5 验收规则

- 5.1 本品应由生产厂的质量检验部门进行检验。生产厂应保证所有出厂的产品均符合本标准的要求。每批厂的产品都应附有质量保证书。
- 5.2 使用单位可按照本标准规定的验收规则和试验方法对所收到的产品质量进行检验,检验其指标是否符合本标准的要求。
- 5.3 每批的量不超过生产厂每班的产量。
- 5.4 检验取样方法:应从每批桶(包)数的 10% 中选取试样,小批时不得少于三桶(包)。从选出的包数中,用取样管等取样工具伸入每包的 3/4 深处,取出不少于 100g 的试样。将选取的试样迅速混匀,缩分后装于清洁、干燥的容器中,瓶上粘贴标签,注明生产厂名称、产品名称、批号及取样日期,送化验室分析。
- 5.5 如果检验中有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装袋中选取试样进行核验。产品重新核验的结果即使只有一项指标不符合本标准要求,则整批不能验收。
- 5.6 当供需双方对产品质量发生异议需要仲裁时,仲裁机构由双方协商选定。仲裁时应按照标准规定的检验方法进行仲裁分析。

6 包装、标志、贮存和运输

- 6.1 用内有一层食品级聚乙烯塑料袋的纸桶或三层牛皮纸袋包装。每桶净重为 30kg 和 35kg 两种,袋装净重为 20kg。
- 6.2 包装上应牢固标明生产厂名称、产品名称、商标、产品型号、批号、生产日期、产品的主要参数、净重,并标有“食品添加剂”字样。
- 6.3 本产品在运输或贮存时,应放在清洁、干燥的仓库内。在贮运中不得与有毒物质混装、混运和一起堆放。

由于本产品易吸水,因此在贮运过程中应避免与水接触,尤其应避免包装破损。本品长期吸潮加之堆放重压,拆包时可能发生结块现象,会引起使用上不便,但不影响产品质量。对于使用后拆包剩下之本品应密封后保存。

附加说明:

本标准由化学工业部科技司提出。

本标准由化学工业部北京化工研究院、卫生部食品卫生监督检验所归口。

本标准由上海赛璐珞厂、上海市卫生防疫站负责起草。

本标准主要起草人丁长银、平丽珍、袁亦丞、王惠芳。