

前 言

本标准的全部技术内容为强制性。

本标准与国际标准接轨非等效采用《美国食品用化学品法典》(FCC IV)。其中,理化指标中的干燥失重、重金属和砷均优于 FCC IV 规定。

本标准对 GBn 246—1985《食品添加剂 果胶》进行了修订。去掉理化指标中胶凝度一项,将胶凝度的测定方法作为附录 A(提示的附录)列于标准之后。因为果胶产品均需标准化,高甲氧基果胶标准化 150°,即 1 kg 的标准果胶能把 150 kg 的糖转变为标准凝胶(可溶性固体 65.0%,pH2.2~2.4,果胶强度 23.5%下陷法)。低甲氧基果胶标准化 100°。干燥失重指标由 $\leq 12\%$ 改为 $\leq 8\%$;灰分指标由 $\leq 7\%$ 改为 $\leq 5\%$;保质期由半年改为一年;增加了理化指标:盐酸不溶物 $\leq 1\%$,铅 $\leq 5\text{ mg/kg}$,二氧化硫 $\leq 0.005\%$,总半乳糖醛酸 $\geq 65.0\%$,pH4.5~5.0(低甲氧基果胶)。

本标准附录 A 为提示的附录。

本标准由国家轻工业局行业管理司提出。

本标准由全国食品发酵标准化中心归口。

本标准由浙江衢州果胶有限公司和中国食品发酵工业研究所负责起草。

本标准主要起草人:刘莲芳、柴正荣。

食品添加剂 果胶

1 范围

本标准规定了食品添加剂果胶的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存的各项要求。

本标准适用于以柚子、柠檬、柑橘类水果的内果皮或以葵花盘等为原料,经破碎、萃取、提纯、浓缩、喷雾而制得的果胶,该产品在食品加工中主要用作增稠剂。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 5009.34—1996 食品中亚硫酸盐的测定方法

GB/T 8449—1987 食品添加剂中铅的测定方法

GB/T 8450—1987 食品添加剂中砷的测定方法

GB/T 8451—1987 食品添加剂中重金属限量试验法

3 化学结构、相对分子量

化学结构:主要由大量的 α -D-半乳糖醛酸单位组成,它们以 α -1,4 苷键相连接成为线型长链,其中半乳糖醛酸单位中C₆的羧基可以以游离态—COOH存在,也可以以成盐状态—COO⁻、酰胺态—CONH₂以及甲酯状态—COOCH₃等形式存在。

相对分子量: $5 \times 10^5 \sim 30 \times 10^5$ 。

4 要求

4.1 外观

淡米黄色粉末。无异味,溶于20倍水中则呈粘稠状液体。

4.2 理化指标应符合表1的要求。

表 1

项 目	指 标	
	高甲氧基	低甲氧基
干燥失重,% $\leq$	8	
灰分,% $\leq$	5	
盐酸不溶物,% $\leq$	1	
pH	2.6~3.0	4.5~5.0
二氧化硫,% $\leq$	0.005	
总半乳糖醛酸,% $\geq$	65.0	

表 1(完)

项 目	指 标	
	高甲氧基	低甲氧基
重金属(以 Pb 计),mg/kg ≤	15	
砷(以 As 计),mg/kg ≤	2	
铅,mg/kg ≤	5	

5 试验方法

在未注明其他要求时,本标准所用试剂和水,均指分析纯试剂和蒸馏水(或离子交换水),测定中所需溶液除特别注明外均为水溶液。

5.1 鉴别试验

5.1.1 试剂和溶液

5.1.1.1 乙醇。

5.1.1.2 蔗糖:食用级。

5.1.2 测定方法

a) 取果胶 1 g,加水 40 mL,不断搅拌,即呈粘稠状液体。

b) 取果胶 0.1 g,加水 50 mL,再加乙醇 20 mL,不断搅拌,即出现悬浮絮状沉淀。

c) 取果胶 0.4 g,加水 30 mL,加热并不断搅拌,使果胶完全溶解。加蔗糖 36.5 g,继续加热浓缩至 54.7 g,倒入含有 12.5%柠檬酸溶液 0.8 mL 的烧杯中,冷却后即呈柔软而有弹性的胶冻。

5.2 干燥失重的测定

5.2.1 测定方法

称取试样 1 g~2 g(准确至 0.000 2 g),置于已恒重的 $\phi 50\text{ mm} \times 30\text{ mm}$ 称量瓶中,置于 $100^{\circ}\text{C} \sim 102^{\circ}\text{C}$ 恒温箱中,干燥 1.5 h,取出,置于玻璃干燥器中冷却 50 min,称量,反复操作至恒重(准确至 0.002 g)。

5.2.2 分析结果的表述

干燥失重百分含量 $X(\%)$ 按式(1)计算。

$$X = \frac{m - m_1}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: m ——干燥前试样加称量瓶的质量, g;

m_1 ——干燥后试样加称量瓶的质量, g;

m_2 ——试样质量, g。

5.3 灰分的测定

5.3.1 测定方法

在已知恒重的瓷坩埚中称取试样 3 g~5 g(准确至 0.01 g),用小火缓缓加热至完全炭化,置于高温炉中在 $550^{\circ}\text{C} \sim 600^{\circ}\text{C}$ (温度过高易凝结)灼烧灰化称至恒重。保留此样品 A 用于盐酸不溶物的测定。

5.3.2 分析结果的表述

灰分百分含量 $X_1(\%)$ 按式(2)计算。

$$X_1 = \frac{m_3 - m_4}{m_5} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: m_3 ——坩埚与灰分的总质量, g;

m_4 ——坩埚的质量, g;

m_5 ——试样质量, g。

5.4 盐酸不溶物的测定

5.4.1 仪器

- a) 分析天平:感量 0.000 1 g;
- b) G2 砂芯漏斗;
- c) 恒温干燥箱:(105±2)℃。

5.4.2 试剂和溶液

10%的盐酸溶液(V/V)。

5.4.3 测定方法

使用由测定灰分所留下来的样品 A,置于 50 mL 烧杯中,缓缓加入 10%盐酸溶液 20 mL,煮沸 5 min,用恒重的砂芯漏斗过滤,并用热蒸馏水洗涤至无氯离子,然后置于 105℃干燥箱中烘干至恒重。

5.4.4 分析结果的表述

盐酸不溶物的百分含量 $X_2(\%)$ 按式(3)计算。

$$X_2 = \frac{m_6 - m_7}{m_8} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: m_6 ——坩埚与灰分的总质量,g;

m_7 ——坩埚的质量,g;

m_8 ——试样质量,g。

5.5 pH 的测定

称取试样 1.25 g,用蒸馏水溶解,定容 50 mL,在 25℃下用酸度计测定。

5.6 二氧化硫的测定

按 GB/T 5009.34 进行测定。

5.7 总半乳糖醛酸的测定

5.7.1 试剂和溶液

- a) 2.7 mol/L 浓盐酸;
- b) 0.5 mol/L 盐酸;
- c) 乙醇;
- d) 60%乙醇;
- e) 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液;
- f) 0.125 mol/L 氢氧化钠溶液;
- g) 0.5 mol/L 氢氧化钠溶液;
- h) 1%酚酞指示剂;
- i) 1%甲基红指示剂;

j) Clark 溶液:称硫酸镁($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)100 g,加入硫酸(H_2SO_4)0.8 mL 及蒸馏水到总量 180 mL。

5.7.2 测定方法

称取试样 5.0 g(精确至 0.000 1 g),置于烧杯中,与 2.7 mol/L 浓盐酸 5 mL 和 60%的乙醇 100 mL 混合物一起搅拌 10 min。用干的粗烧结玻璃过滤管(30 mL~60 mL 能力)过滤,并用 6 份,每份 15 mL 上述配制好的盐酸-乙醇混合物冲洗,接着用 60%的乙醇冲洗直至滤出物不含氯化物。最后用 20 mL 乙醇冲洗,在 105℃下干燥 2.5 h,冷却后称量。

取 1/10 干燥后样品移入一个 250 mL 的锥形烧瓶中。用酒精 2 mL 润湿。加入 100 mL 新煮沸并冷却的水,加上玻璃塞,时而振动直至试样完全溶解,加入酚酞指示剂 5 滴,用 0.1 mol/L 的氢氧化钠滴定,记录下所需体积作为 V_1 (初滴定度)。

加入 0.5 mol/L 的氢氧化钠 20.0 mL,加上玻璃塞,用力摇荡,然后静置 15 min,加入 0.5 mol/L 盐

酸 20.0 mL, 摇荡直至粉红色消失, 然后用 0.1 mol/L 的氢氧化钠滴定, 用力振摇, 至弱粉红色出现为终点。记录下所用的 0.1 mol/L 氢氧化钠体积作为 V_2 (皂化滴定度)。

将烧瓶内容物定量地移到带有凯氏定氮球和水冷冷凝器的 500 mL 蒸馏瓶中, 这个冷凝器的导出管伸到装有脱去二氧化碳的水 150 mL 和 0.1 mol/L 盐酸混合液 20.0 mL 的接收瓶的液面下。向此蒸馏烧瓶中加入 1:10 的氢氧化钠溶液 20 mL, 封住接头, 开始仔细加热以避免过量泡沫。继续加热直到收集到 80 mL~120 mL 的馏出液为止。向接收瓶中加入几滴甲基红指示剂, 然后用 0.1 mol/L 氢氧化钠滴定过量的酸, 记录下所用体积作为 S 。用 0.1 mol/L 盐酸 20.0 mL 作空白测定, 记录下所用体积作为 B 。记录下酰胺滴定度 ($B-S$) 作为 V_3 。

取 1/10 干燥后样品, 于 50 mL 烧杯中, 用乙醇 2 mL 润湿, 以 0.125 mol/L 氢氧化钠 25 mL 溶解果胶。将溶液放置 1 h, 摇动, 将此皂化果胶转移到 50 mL 容量瓶中, 用水定容。转移 25 mL 上述稀释果胶液于蒸馏装置中, 再加入 Clark 溶液 20 mL (含 100 g $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 和 0.8 mL H_2SO_4 及蒸馏水到总量 180 mL), 蒸馏装置含有蒸气发生装置与圆底烧瓶相连并连接有冷凝管, 蒸气发生装置与圆底烧瓶均连加热电炉。蒸馏先从含有样品的圆底烧瓶加热开始, 先在刻度量筒中收集最初 15 mL 馏出液, 然后换用 200 mL 烧杯收集 150 mL 馏出液。将收集到的两种蒸馏液完全定量混合, 用 0.05 mol/L 氢氧化钠溶液滴定至 $\text{pH}=8.5$, 记录所消耗氢氧化钠溶液的体积作为 S 。同时, 以 20 mL 蒸馏水作为空白, 用 0.05 mol/L 氢氧化钠溶液滴定至 $\text{pH}=8.5$, 记录所消耗氢氧化钠溶液的体积作为 B 。记录下醋酸酯滴定度 ($S-B$) 作为 V_4 。

5.7.3 分析结果的表述

总半乳糖醛酸百分含量 $X_3(\%)$ 按式(4)计算。

$$X_3 = 19.41(V_1 + V_2 + V_3 - V_4) \times \frac{1\,000}{m} \dots\dots\dots(4)$$

式中: V_1 ——初滴定度, mL;

V_2 ——皂化滴定度, mL;

V_3 ——酰胺滴定度 ($B-S$), mL;

V_4 ——醋酸酯滴定度 ($S-B$), mL;

m ——样品干燥后的总质量, mg。

注: 如果已知果胶是非酰胺化型, 那么只需要测定 V_1 和 V_2 , 而 V_3 可以当作零。

5.8 重金属的测定

按 GB/T 8451 进行测定。

5.9 砷的测定

按 GB/T 8450 进行测定。

5.10 铅的测定

按 GB/T 8449 进行测定。

6 检验规则

6.1 本产品须经生产厂质量检验部门, 按本标准要求检验合格, 并附上合格证后方可包装入库或出厂。

6.2 取样方法: 以同一生产周期的产品为一批, 从每批件数的 10% 中选取样品, 小批时不得少于 3 包。从选出的包数中每包取样品 50 g, 每批的总样品质量不得少于 500 g。迅速将所选取的样品混匀, 用四分法缩分到约 250 g, 装于两个清洁、干燥的容器中, 贴上标签, 注明生产厂名、产品名称、批号及取样日期。一瓶供化验用, 一瓶留样。

6.3 理化指标总半乳糖醛酸为必检项目, 其他指标均为型式检验, 每年检查一次。样品经检验, 若有一项指标不符合本标准时, 应重新自两倍量的包装中选取样品进行核验, 产品重新检验结果即使只有一项指标不符合本标准时, 则整批不能验收。

6.4 使用单位可按本标准的要求、检验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规定。

6.5 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。仲裁时应按本标准规定的检验方法进行仲裁分析。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

产品的包装上应牢固标明产品名称、生产厂名称、厂址、商标、产品型号、批号、生产日期、保质期、产品的主要参数、净含量以及采用标准号,并标有“食品添加剂”字样。

7.2 包装

产品用双层塑料袋包装,外用木箱内衬防潮纸包装,小包装为每箱内装 25 袋,每袋净重 1 kg,大包装为每箱一大袋,每袋净重 30 kg。

7.3 运输

产品应防止日晒雨淋,轻拿轻放,禁止与有毒、有害或其他污染物品混装混运。

7.4 贮存

产品应贮存在阴凉、通风、干燥、清洁的仓库内,避免受潮受热。

7.5 保质期

在上述贮运条件下,产品保质期为一年。

附录 A

(提示的附录)

胶凝度的测定

果胶胶凝度(加糖率)的测定采用果冻下陷法(SAG 法)。

A1 仪器

果冻强度测定仪见图 A1。

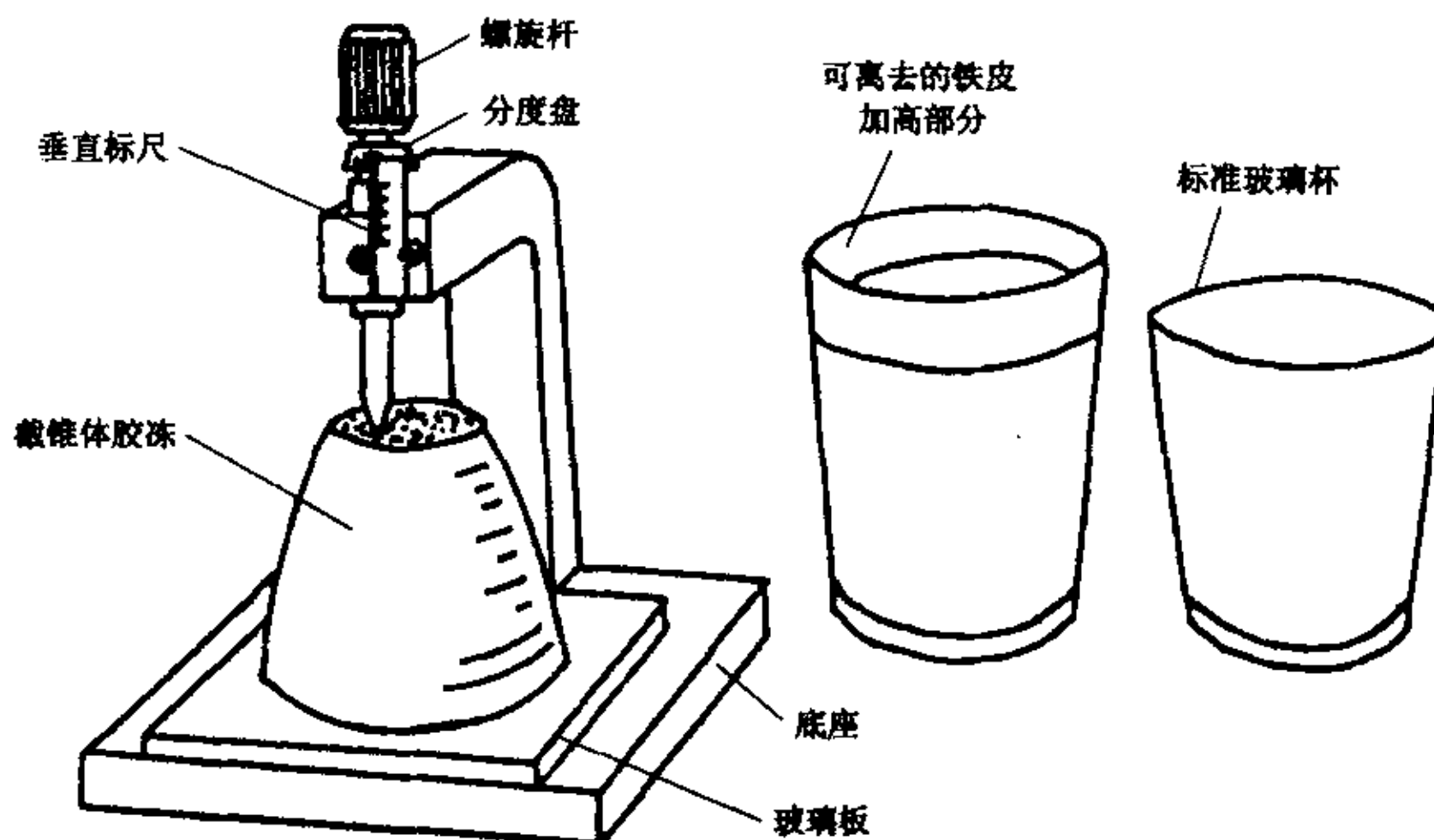


图 A1 果冻强度测定仪，具边框和不具边框的玻璃杯

A1.1 试验用玻璃杯: Hazel—Atles No. 85 平底无脚玻璃杯或塑料杯, 其玻璃或塑料是经过磨制加工的, 内高精确至 7.94 cm, 用铁皮边框加高 2 cm。

A1.2 测微螺旋: 每 2.5 cm 有 32 个螺纹, 因此每旋转一圈即移动丝杆 0.079 2 cm, 或胶冻原先高度的 1% (相当 1% 凹陷)。

A1.3 胶带: 采用透明胶带或绝缘胶带均可, 用来固定玻璃杯和铁皮之间加高部位。

A1.4 秒表。

A2 试剂和溶液

高甲氧基果胶:

50% 柠檬酸溶液。

低甲氧基果胶:

a) 6% 柠檬酸钠溶液: 每 1 000 mL 水中含 60 g 柠檬酸钠 ($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$);

b) 60% 柠檬酸溶液: 每 1 000 mL 水中含 543 g 柠檬酸 ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$);

c) 蔗糖: 食用级;

d) 氯化钙溶液: 每 1 000 mL 水中含 22.05 g 氯化钙 ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。

A3 胶冻制备

A3.1 高甲氧基果胶

准确称取果胶 4.33 g (按胶凝度 150° 计), 用少量无水乙醇湿润, 另称取蔗糖 646 g, 取其中蔗糖约 20 g 置于湿润之果胶中, 充分搅拌均匀, 再加少量蒸馏水调成糊状。另用一搪瓷锅, 加入 250 mL 蒸馏水煮沸, 将果胶糊状物慢慢倒入锅中边加边搅拌, 直至加完。再用 160 mL 蒸馏水分次洗烧杯, 洗液全部并

入锅内(蒸馏水总量为 410 mL),搅拌均匀,再将剩余蔗糖边加边搅拌,继续煮沸蒸发至胶冻净重为 1 015 g,如果净重不足可加入稍过量的蒸馏水煮沸,至所需质量,但整个加热时间不应超过 5 min~8 min。撇去泡沫或浮渣,将锅倾斜待内温达 95℃时,立即将胶冻迅速倒入三只预先加有 50%柠檬酸溶液 3.5 mL 的标准玻璃杯中(注意控制 pH<3,这样才能得到可靠的结果)。此时应边倒边搅拌,使酸溶液迅速与凝胶混匀,倒至接近加高的部位,放置 15 min 后,盖上玻璃皿,在室温放置 20 h~24 h。备用。

A3.2 低甲氧基果胶

在预先称重的搪瓷锅中,加入水 425 mL,6%柠檬酸钠溶液 10 mL,60%柠檬酸溶液 5 mL。备用。

在预先称好的蔗糖 180 g 中取出约 30 g 与果胶 6 g 混合均匀,倒入上述的搪瓷锅中,不断搅拌并加热至沸,然后加入剩余的蔗糖,再煮沸。缓慢加入氯化钙溶液 25 mL,混合后煮沸至净重 600 g,然后倒入两只预先准备好的标准玻璃杯中(注意控制 pH 为 3.0±0.05,这样才能得到可靠的结果),倒至接近加高的部位,放置 15 min 后,盖上玻璃皿,在室温放置 20 h~24 h。备用

A4 测定方法

在未测定前,把标准棒(6.35 cm)直立在玻璃板上,使其正对测微螺杆下方,旋转测微螺杆,使其向下恰好接触标准棒,此时读数准确为 20.0(如读数不符,可松开垂直标尺的固定螺丝,上下移动调节至标准,然后拧紧固定螺丝)。

测定时将玻璃杯上的胶带撕去,用马口铁皮或薄刀片削去上面高出杯缘部分的胶冻,使成平滑的切面,然后将标准杯稍微倾斜,用薄金属片制成的小刀插入胶冻与杯壁间,沿壁缓缓旋转使两者分离。小心地将胶冻倾覆在玻璃板上,同时按秒表,把放置截锥体胶冻的玻璃板平放在仪器底座上,使截锥体胶冻中心对准测微螺杆顶尖,仔细调节测微螺杆,使顶尖恰好与截锥体胶冻表面接触,记下间隔准确 2 min 时测微螺杆标尺下降的刻度值,此值即为胶冻的凹陷百分率(标准杯深度为 7.94 cm)。测微螺杆每 2.5 cm 有 32 个螺纹,因此每转一周即移动 0.794 cm,也即相当胶冻下陷原先高度的 1%,即 1%凹陷。与一般测微器读数原理一样,螺杆分度盘上的 1 大格(1 圈共 10 大格)也就相当于凹陷百分率的 1/10(读数精确至 0.1%)。

A5 分析结果的表述

高甲氧基果胶胶凝度(G)按式(A1)计算。

$$G = \left(\frac{650}{m} \right) \times \left(2.0 - \frac{S\%}{23.5} \right) \quad \dots\dots\dots (A1)$$

式中: m ——样品的质量, g;

S ——凹陷百分率。

其余数据是高甲氧基果胶固形物百分浓度及果胶强度所得之常数。

注

1 如果同一胶冻样品在三只玻璃杯中读数误差超过 0.6 时,必须重新测定。

2 用折光计检查总可溶性固形物的含量,并根据温度给以校正。在 20℃时,65%可溶性固形物含量相差±1%,可能产生 3%~4%误差。

低甲氧基果胶胶凝度(G_1)按式(A2)计算。

$$G_1 = \left(\frac{600}{m_1} \right) \times [2.0 - (S_1\% + 4.5)/25.0] \quad \dots\dots\dots (A2)$$

式中: m_1 ——样品的质量, g;

S_1 ——凹陷百分率。

其余数据是低甲氧基果胶固形物百分浓度及果胶强度所得之常数。

注

1 为了得到正确的胶凝度值,该胶冻应含有 30%~32%的固体物质。pH 为 2.9~3.1。

2 凹陷百分数读数误差应小于 0.6,读数范围在 16.0~25.0 之间。