



中华人民共和国国家标准

GB 1886.95—2015

食品安全国家标准

食品添加剂 聚甘油蓖麻醇酸酯(PGPR)

2015-09-22 发布

2016-03-22 实施

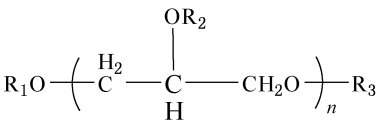
中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

食品安全国家标准
食品添加剂 聚甘油蓖麻醇酸酯(PGPR)

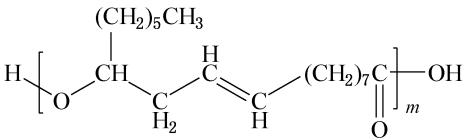
1 范围

本标准适用于以聚甘油与缩合的蓖麻油脂肪酸为原料经酯化制得的食物添加剂聚甘油蓖麻醇酸酯(PGPR)。

2 结构式



n 的平均值约为 3, *R*₁、*R*₂ 和 *R*₃ 分别为氢或具有如下结构的蓖麻酸的线型缩聚物:



m 的平均值为 5~8。

3 技术要求

3.1 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
状态	高度黏稠液体	取适量试样置于 50 mL 烧杯中,在自然光下观察其状态

3.2 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
聚甘油(二聚、三聚和四聚甘油), <i>w</i> /%	≥ 75.0	附录 A 中 A.3
聚甘油(七聚甘油以上的), <i>w</i> /%	≤ 10.0	
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 2.0	GB 5009.12

附录 A

检验方法

A.1 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准溶液、杂质测定用标准溶液、制剂和制品,在没有注明其他要求时均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。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.2 鉴别试验

A.2.1 溶解性

不溶于水和乙醇,溶于乙醚、烃类和卤代烃类。

A.2.2 脂肪酸试验

A.2.2.1 试剂和材料

A.2.2.1.1 己烷。

A.2.2.1.2 氢氧化钾乙醇溶液:28 g/L。

A.2.2.1.3 盐酸溶液:226→1 000。

A.2.2.2 分析步骤

称取 1 g 样品,精确至 0.01 g,与 15 mL 氢氧化钾乙醇溶液加热回流 1 h。加 15 mL 水,加约 6 mL 盐酸溶液。有油滴或白至黄白色固体产生,可溶于 5 mL 己烷中。分出己烷层,再用 5 mL 己烷萃取一次,合并己烷萃取液,蒸发至干。所得脂肪酸用气相色谱法鉴别,试验结果呈阳性。全部操作应在通风橱中进行。

A.2.3 蓖麻油酸试验

A.2.3.1 试剂和材料

A.2.3.1.1 吡啶:以酚酞为指示剂,用盐酸溶液(1+110)中和。

A.2.3.1.2 中性正丁醇:以酚酞为指示剂,用氢氧化钾乙醇标准滴定溶液滴定,至出现粉红色且保持 15 s 不变色。

A.2.3.1.3 乙酰化剂:乙酸酐与吡啶按 1+3 混匀,贮存于棕色瓶中。

A.2.3.1.4 氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液: $c(\text{KOH})=0.5 \text{ mol/L}$ 。

A.2.3.1.5 酚酞指示液:10 g/L。

A.2.3.2 分析步骤

称取约 2.2 g 样品,精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 磨口锥形瓶中,加入 5 mL $\pm$ 0.02 mL 乙酰化剂,连接冷凝管,在水浴上加热回流 1 h。从冷凝管上端加入 10 mL 水于锥形瓶中,继续加热 10 min 后,冷却至室温。用 15 mL 中性正丁醇冲洗冷凝管,拆下冷凝管,再用 10 mL 中性正丁醇冲洗瓶壁。加入

8 滴酚酞指示液,用氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色即为终点。同时进行空白试验。

为校正游离酸,称取约 10 g 样品,精确至 0.01 g。置于锥形瓶中,加入 30 mL 吡啶,加入 5 滴酚酞指示液,用氢氧化钾乙醇标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色。

A.2.3.3 羟值结果计算

羟值(以 KOH 计)的质量分数 w_1 ,以毫克每克(mg/g)计,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times M}{m_1} + \frac{V_2 \times c \times M}{m_0} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

V_0 ——空白试验消耗氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——样品消耗氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氢氧化钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), $[M(\text{KOH})=56.109]$;

m_1 ——羟值测定时样品的质量,单位为克(g);

V_2 ——校正游离酸消耗氢氧化钾乙醇标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——校正游离酸测定时样品的质量,单位为克(g)。

A.2.3.4 蓖麻油酸结果判断

蓖麻油酸的羟值约为 150~170。

A.2.4 甘油和聚甘油试验

在色谱纸甘油对照色斑旁点加 5 μL ~20 μL A.2.2 中萃取出的脂肪酸的水层溶液,采用下行色谱法,用异丙醇和水(90:10)展开 36 h。用高锰酸钾的丙酮液或硝酸银的氨溶液喷射色谱纸,甘油色斑移动约 40 cm,在甘油下面连续出现的色斑是聚甘油酯类。

A.3 聚甘油含量的测定

A.3.1 方法原理

用氢氧化钾乙醇溶液皂化样品中的聚甘油酯类,经萃取除去脂肪酸。将多元醇转化为三甲硅烷基衍生物,用气相色谱法测定聚甘油酯类中的多元醇。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 氢氧化钾乙醇溶液: $c(\text{KOH})=1 \text{ mol/L}$ 。

A.3.2.2 氢氧化钾溶液: $c(\text{KOH})=1 \text{ mol/L}$ 。

A.3.2.3 吡啶:预经氢氧化钾干燥。

A.3.2.4 六甲基二硅氮烷。

A.3.2.5 三甲基氯硅烷。

A.3.2.6 石油醚:沸程 40 $^{\circ}\text{C}$ ~60 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.3.3 仪器和设备

A.3.3.1 气相色谱仪:配有火焰离子化检测器。

A.3.3.2 微量注射器:适宜容量的进样器。

A.3.4 色谱柱及典型操作条件

本标准推荐的色谱柱及操作条件见表 A.1。各组分出峰序列见表 A.2。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件均可使用。

表 A.1 推荐的色谱柱及色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱装填物	载有 3%二甲基硅氧烷(OV-1)的 120 μm~150 μm 硅藻土载体(Diatomite CQ)或 120 μm~150 μm 经二甲基二氯硅烷处理的酸和碱醇洗的白色硅藻土载体(Gas chrom Q)
填充柱柱长×柱内径	1.5 m×4 mm
柱温度	从 90 ℃~330 ℃以 4 ℃/min~6 ℃/min 速度程序升温
气化室进样温度/℃	275
检测器温度/℃	350
载气(氮气)流量/(mL/min)	86
进样体积/μL	2.0

A.3.5 多元醇试样溶液的制备

取约 0.5 g 样品,加 20 mL 氢氧化钾乙醇溶液,加热回流 2 h。在氮气流中于 45 ℃~50 ℃下蒸去乙醇。加 10 mL 水,用盐酸酸化,使皂质类转化成游离脂肪酸。每次用 20 mL 石油醚连续从水相中萃取脂肪酸。用 20 mL 水洗涤合并后的石油醚提取液,合并洗液与水相。用氢氧化钾溶液将多元醇水溶液调整至 pH=7.0。在减压下蒸发至体积 2 mL~3 mL,用每次 30 mL 的沸腾乙醇萃取三次。滤去残留物,在减压下蒸发乙醇至形成多元醇的黏性液态试样。取该多元醇试样 0.1 g,放于 10 mL 具塞的试管中,加 0.5 mL 温热吡啶溶解。加 0.2 mL 六甲基二硅氮烷,摇匀,加 0.2 mL 三甲基氯硅烷后再摇匀。在加热套(约 80 ℃)上放置 3 min~5 min,制成多元醇试样溶液。若出现白烟,则说明试剂过量。

A.3.6 分析步骤

注入 2.0 μL 试样溶液,记录的色谱图的各峰序见表 A.2。以适当方法测量各峰面积,并对衰减变化加以校正。

表 A.2 色谱图的各峰序列

峰序列	组分	图形(和典型的衰减位置)
1	溶剂	超载
2	甘油	单峰(2×10^3)
3	环状双甘油类	单峰(2×10^3)
4	双甘油类	单峰(32×10^3)
5	环状三甘油类	单峰(2×10^3)
6	三甘油类	单峰(16×10^3)
7	环状四甘油类	单峰(2×10^3)

表 A.2 (续)

峰序列	组分	图形(和典型的衰减位置)
8	四甘油类	单峰(8×10^3)
9	五甘油类	单峰(4×10^3)
10	六甘油类	单峰(2×10^3)
11	七甘油类	单峰(2×10^3)
12	八甘油类	单峰(1×10^3)
13	九甘油类	仅在峰 12 的拖尾中

A.3.7 结果计算

聚甘油(二聚、三聚和四聚甘油)的质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{A_3 + A_4 + \cdots + A_8}{A_3 + A_4 + \cdots + A_{13}} \times 100\%$$

.....(A.2)

聚甘油(七聚甘油以上的)的质量分数 w_3 ,按式(A.3)计算:

$$w_3 = \frac{A_{11} + A_{12} + A_{13}}{A_3 + A_4 + \cdots + A_{13}} \times 100\%$$

.....(A.3)

式中:

A_n ($n=3\sim 13$)——色谱图中峰序列号为 n 的组分的峰面积。
