



中华人民共和国国家标准

GB 1886.109—2015

食品安全国家标准

食品添加剂 羟丙基甲基纤维素(HPMC)

2015-11-13 发布

2016-05-13 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

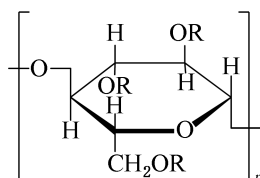
食品安全国家标准

食品添加剂 羟丙基甲基纤维素(HPMC)

1 范围

本标准适用于食品添加剂羟丙基甲基纤维素(HPMC)。

2 结构式



R = H 或 CH₃ 或 CH₂CHOHCH₃

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
色泽	白色至灰白色	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光下观察其色泽和状态
状态	纤维状粉末或颗粒	

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
甲氧基(-OCH ₃)含量, w/%	19.0~30.0	附录 A 中 A.4
羟丙氧基(-OCH ₂ CHOHCH ₃)含量, w/%	3.0~12.0	附录 A 中 A.4
干燥减量, w/%	≤ 5.0	GB 5009.3 直接干燥法 ^a

表 2 (续)

项 目		指 标	检 验 方 法
灼烧残渣, $w/\%$	黏度 $\geq 50 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ \leq	1.5	GB/T 9741
	黏度 $< 50 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ \leq	3.0	
黏度/ $\text{mPa} \cdot \text{s}$	黏度 $\leq 100 \text{ mPa} \cdot \text{s}$	声称值的 80.0%~120.0%	附录 A 中 A.5
	黏度 $> 100 \text{ mPa} \cdot \text{s}$	声称值的 75.0%~140.0%	
铅(Pb)/ (mg/kg) \leq		3.0	GB 5009.12
^a 干燥温度为 $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$, 干燥时间为 2 h。			

附录 A

检验方法

A.1 安全提示

本标准试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,按相关规定操作,操作时需小心谨慎。在通风橱中进行含有氢碘酸的操作步骤。使用护目镜、耐酸手套和其他合适的安全设备。在处理热玻璃瓶时,要极度小心。如不慎接触氢碘酸,应用大量水冲洗,并立即寻求医疗帮助。

A.2 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 和 GB/T 603 的规定制备。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.3 鉴别试验

A.3.1 称取 1 g 试样,加入 100 mL 水,可在水中溶胀,形成透明呈乳白色黏稠状胶体溶液。

A.3.2 称取 1 g 试样,加入 100 mL 沸腾的水,搅拌均匀(保持部分此试样溶液,用于鉴别试验 A.3.3),此试样溶液呈糊状,冷却至 20 °C,形成清澈或半透明黏稠液体。

A.3.3 取适量 A.3.2 中的试样溶液,将试样溶液置于玻璃盘中,使水分挥发,形成薄膜。

A.4 甲氧基(—OCH₃)和羟丙氧基(—OCH₂CHOHCH₃)含量的测定

A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 甲苯。

A.4.1.2 邻二甲苯。

A.4.1.3 己二酸。

A.4.1.4 氢碘酸。

A.4.1.5 异丙碘。

A.4.1.6 甲基碘。

A.4.2 仪器和设备

气相色谱仪:配备热导检测器,或其他等效的检测器。

A.4.3 参考色谱条件

A.4.3.1 色谱柱:1.8 m×4 mm 玻璃柱,填料为 125 μm~150 μm 色谱纯硅质土上含 10% 的甲基硅酮油,或其他等效色谱柱。

A.4.3.2 柱温:100 °C。

A.4.3.3 进样口温度:200 °C。

A.4.3.4 检测器温度:200 °C。

A.4.3.5 载气:氦气。

A.4.3.6 流速:20 mL/min。

A.4.3.7 进样量:约 2 μ L。

A.4.3.8 甲基碘、异丙碘、甲苯和邻二甲苯的色谱保留时间分别为 3 min、5 min、7 min 和 13 min。

A.4.4 分析步骤

A.4.4.1 内标溶液的制备

称取 2.5 g 甲苯,用邻二甲苯稀释至 1 000 mL。

A.4.4.2 标准溶液的制备

称取 135 mg 己二酸,置于合适的血清瓶中,加入 4.0 mL 氢碘酸,再加入 4.0 mL 内标溶液,用隔膜盖封住瓶口,称量。通过隔膜,注入 30 μ L 异丙碘,再称量,计算加入的异丙碘质量。同样,通过隔膜,注入 90 μ L 甲基碘,再称量,计算加入的甲基碘的质量。混合均匀,静置后分层。

A.4.4.3 试样溶液的制备

称取 0.065 g 试样,置于 5 mL 带压紧隔膜的瓶中,加入与试样等量的己二酸,然后加入 2 mL 内标溶液。小心吸取 2 mL 氢碘酸,加入瓶中,盖紧瓶盖,称量。将瓶摇晃 30 s,在 150 $^{\circ}$ C 条件下加热 20 min,然后再摇晃,再在 150 $^{\circ}$ C 条件下加热 40 min。将瓶子冷却 45 min,称量。如果质量损失超过 10 mg,则弃掉,重新制备试样溶液。

A.4.4.4 测定

吸取小部分标准溶液上层液,在 A.4.3 参考色谱条件下,进行色谱分析,记录色谱图,计算等质量甲苯与甲基碘的相对响应因子 F 以及等质量甲苯与异丙碘的相对响应因子 F' 。

吸取小部分试样溶液上层液,在 A.4.3 参考色谱条件下,进行色谱分析,记录色谱图,计算试样中甲氧基($-\text{OCH}_3$)含量和羟丙氧基($-\text{OCH}_2\text{CHOHCH}_3$)含量。

A.4.5 结果计算

A.4.5.1 等质量甲苯与甲基碘的相对响应因子 F ,按式(A.1)计算:

$$F = \frac{Q}{A} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

Q ——标准溶液中甲基碘与甲苯的质量比;

A ——标准溶液色谱图中甲基碘与甲苯的峰面积比。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。

A.4.5.2 等质量甲苯与异丙碘的相对响应因子 F' ,按式(A.2)计算:

$$F' = \frac{Q'}{A'} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

Q' ——标准溶液中异丙碘与甲苯的质量比;

A' ——标准溶液色谱图中异丙碘与甲苯的峰面积比。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。

A.4.5.3 试样中甲氧基($-\text{OCH}_3$)含量 w_1 ,按式(A.3)计算:

$$w_1 = 2 \times \frac{31}{142} \times F \times \alpha \times \frac{m_1}{m_2} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

31/142——甲氧基与甲基碘的相对分子质量之比；

F ——实际测得的甲苯与甲基碘的相对响应因子；

α ——试样溶液色谱图中甲基碘与甲苯的峰面积之比；

m_1 ——内标溶液中甲苯的质量,单位为克(g)；

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。

A.4.5.4 试样中羟丙氧基(—OCH₂CHOHCH₃)的质量分数 w_2 ,按式(A.4)计算：

$$w_2 = 2 \times \frac{75}{170} \times F' \times \alpha' \times \frac{m_3}{m_4} \dots\dots\dots (A.4)$$

式中：

75/170——羟丙氧基与异丙碘的相对分子质量之比；

F' ——实际测得的甲苯与异丙碘的相对响应因子；

α' ——试样溶液色谱图中异丙碘与甲苯的峰面积之比；

m_3 ——内标溶液中甲苯的质量,单位为克(g)；

m_4 ——试样的质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。

A.5 黏度的测定

称取适量试样,相当于 2 g 干燥后的固体试样,置于宽口的 250 mL 离心瓶中,加入 98 g 80 °C~90 °C 的水。机械搅拌 10 min,将离心瓶置于冰浴中,使溶液温度均匀,必要时,将溶液调整至 100 g。离心去除混入的空气。将试样溶液的温度调整至 20 °C±1 °C,用黏度计测定。