



中华人民共和国国家标准

GB 1886.169—2016

食品安全国家标准 食品添加剂 卡拉胶

2016-08-31 发布

2017-01-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本标准代替 GB 15044—2009《食品添加剂 卡拉胶》。

本标准与 GB 15044—2009 相比,主要变化如下:

- 增加了酸不溶物、pH、残留溶剂(异丙醇、甲醇)、菌落总数和大肠埃希氏菌的指标要求及检验方法;
- 删除了大肠菌群的指标要求;
- 修改了硫酸酯(以 SO_4 计)、总灰分、酸不溶灰分的检验方法;
- 部分检验方法的引用标准调整为最新发布的版本。

食品安全国家标准

食品添加剂 卡拉胶

1 范围

本标准适用于以红藻(*Rhodophyceae*)类植物为原料,经水或碱液等提取并加工而成的食品添加剂卡拉胶。产品为 K(Kappa)、I(Iota)、λ(Lambda)三种基本型号的混合物。

2 技术要求

2.1 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	类白色或淡黄色至棕黄色	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下观察其色泽和状态
状态	粉末或颗粒	

2.2 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
硫酸酯(以 SO ₄ 计),w/%	15~40	附录 A 中 A.3
黏度/Pa·s	≥ 0.005	附录 A 中 A.4
干燥减量,w/%	≤ 12.0	GB 5009.3 直接干燥法 ^a
总灰分,w/%	15~40	附录 A 中 A.5
酸不溶灰分,w/%	≤ 1	附录 A 中 A.6
酸不溶物,w/%	≤ 15	附录 A 中 A.7
pH	8~11	附录 A 中 A.8
残留溶剂 ^b (异丙醇、甲醇),w/%	≤ 0.1	附录 A 中 A.9
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 5.0	GB 5009.75 或 GB 5009.12
砷(As)/(mg/kg)	≤ 3.0	GB 5009.76

表 2 (续)

项 目	指 标	检验方法
镉(Cd)/(mg/kg) ≤	2.0	GB 5009.15
汞(Hg)/(mg/kg) ≤	1.0	GB 5009.17
<p>^a 干燥温度为 105 ℃,时间为 4 h。</p> <p>^b 仅针对提取溶剂为异丙醇或甲醇的产品。</p> <p>注 1: 商品化的卡拉胶产品应以符合本标准的卡拉胶为原料,可含有用于标准化目的的糖类、用于特殊胶化或稠化效果的氯化钾(钠、钙)、柠檬酸钠、六偏磷酸钠、乳酸钙等盐类,以及干燥过程中带入的增稠剂、乳化剂。</p> <p>注 2: 提取溶剂为乙醇、异丙醇和(或)甲醇。</p>		

2.3 微生物指标

微生物指标应符合表 3 的规定。

表 3 微生物指标

项 目		指 标	检验方法 ^a
菌落总数/(CFU/g) ≤		5 000	GB 4789.2
大肠埃希氏菌	CFU/g <	10	GB 4789.38
	MPN/g <	3.0	
沙门氏菌(25 g)		不得检出	GB 4789.4
^a 在无菌条件下,称取 1.0 g 试样,溶解于 100 mL 磷酸盐缓冲液或生理盐水中,配制成 1 : 100 的稀释度溶液。			

附录 A

检验方法

A.1 一般规定

本标准所用试剂和水在未注明其他要求时,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、制剂和制品在未注明其他要求时,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.2 鉴别试验

A.2.1 试剂与材料

A.2.1.1 乙醇溶液:85+15。

A.2.1.2 氯化钾溶液:2.5 g 氯化钾溶解于 100 mL 水中。

A.2.1.3 亚甲基蓝溶液:1 g 亚甲基蓝溶解于 100 mL 水中。

A.2.2 分析步骤

A.2.2.1 称取 4 g 试样,加 200 mL 水,加热至约 80 °C,不断搅拌直至试样溶解,用水补充蒸发损失的水分,使溶液冷却至室温,变成半透明黏滞液体,并能产生凝胶状物。

A.2.2.2 取 A.2.2.1 溶液 50 mL,加入 200 mL 氯化钾溶液,重新加热并充分混匀,移出冷却,用玻璃棒搅拌溶液,当出现脆性的胶体,说明是以 K 型为主的卡拉胶;出现柔软(弹性)胶体,说明是以 I 型为主的卡拉胶;如果溶液不是胶体,则是以 λ 型为主的卡拉胶。

A.2.2.3 取 A.2.2.1 溶液 5 mL,加入 1 滴亚甲基蓝溶液,产生纤维状沉淀。

A.2.2.4 测定按下述方法制得的试样的凝胶和非凝胶成分的红外吸收光谱。

称取 2 g 试样,加入 200 mL 氯化钾溶液,搅拌 1 h,静置过夜,再搅拌 1 h,移入离心管(如果样品扩散液太黏,不能移动,可用不超过 200 mL 氯化钾溶液稀释),以接近 1 000 r/min 的速度,离心 15 min。

移去上层清液,残留物中再加入 200 mL 氯化钾溶液,搅拌,再次离心处理,将以上两次上层清液合在一起,加入相当于清液体积两倍的乙醇溶液,使其凝结(注意保留沉淀物供以后使用),回收凝结胶并用 250 mL 乙醇溶液清洗。从凝结胶中压出过量的液体,在 60 °C 下干燥 2 h,得到的是非凝胶成分(λ 型卡拉胶)。

把以上保留的沉淀物加到 250 mL 蒸馏水中扩散,在 90 °C 下加热 10 min,冷却到 60 °C。按上述方法将混合物凝结回收,清洗并干燥,所得的是凝胶成分(K 型和 I 型卡拉胶)。

将上述每种试样配制成 0.2% 的水溶液,在适宜的非黏性表面上(如聚四氟乙烯)浇成 0.000 5 cm 厚(干燥层)的薄胶片,测定每张干燥薄胶片的红外吸收光谱。

卡拉胶有一切多糖具有的典型的强、宽谱段,范围是 $1\,000\text{ cm}^{-1}\sim 1\,100\text{ cm}^{-1}$ 。

A.3 硫酸酯(以 SO_4 计)的测定

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 异丙醇溶液:60% (质量分数)。

A.3.1.2 盐酸溶液:0.2 mol/L。

A.3.1.3 氯化钡溶液:10 g 氯化钡溶解于 100 mL 水中。

A.3.1.4 过氧化氢溶液:1+9。

A.3.2 仪器和设备

A.3.2.1 坩埚。

A.3.2.2 高温炉。

A.3.2.3 干燥器。

A.3.2.4 冷凝器。

A.3.3 分析步骤

A.3.3.1 试样的制备

称取试样 15 g(精确至 0.000 2 g),置于 500 mL 异丙醇溶液中,轻轻搅拌 4 h 后过滤,弃去滤液,再用异丙醇溶液洗涤滤渣 2 次,105 °C 干燥至恒重。

A.3.3.2 试样溶液的制备

取 A.3.3.1 试样 1 g(精确至 0.000 2 g),加 50 mL 盐酸溶液,冷凝回流 1 h,再加 25 mL 过氧化氢溶液继续回流约 5 h 至溶液完全澄清。

A.3.3.3 测定

转移 A.3.3.2 试样溶液至 600 mL 烧杯中,加热至沸腾,在玻璃棒不断搅拌下滴入 10 mL 氯化钡溶液,保持近沸状态约 2 h(加盖),沉淀,然后用定量滤纸过滤,并用热水洗涤脱氯,将沉淀连同滤纸放进已经煅烧恒重的坩埚中,置于高温炉内,在 800 °C±25 °C 灼烧至恒重,待炉温降至 200 °C 后,取出坩埚置于干燥器内,冷却至室温,称重。

A.3.4 结果计算

硫酸酯(以 SO₄ 计)的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.411\ 6}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

m_1 ——坩埚加残渣的质量,单位为克(g);

m_2 ——坩埚的质量,单位为克(g);

0.411 6 ——硫酸钡折算成硫酸根以(SO₄)计的系数;

m ——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。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 5%。

A.4 黏度的测定

A.4.1 仪器和设备

NDJ-1 型旋转黏度计或同等测定效果的旋转黏度计。

A.4.2 分析步骤

称取 7.5 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于已恒重的 600 mL 烧杯中,加入约 450 mL 去离子水,搅拌 10 min~20 min,使试样充分扩散。加入足量的水,使最终溶液质量达到 500 g,置水浴中加热并不断搅拌,20 min~30 min 后,温度升至 80 ℃,停止加热。加水调整蒸发损失,冷却至 76 ℃~77 ℃,置于 75 ℃的恒温槽中。预先将黏度计的摆锤和防护套在水中加热至 75 ℃干燥后,安装在带有真空 1 号转子(直径约为 19 mm,长度约为 65 mm)的黏度计上,在 30 r/min 下测定。

如果黏度值非常低,可使用超低黏度适配器或同等性能仪器来提高测量精度。

注:使用 1 号转子时某些类型的卡拉胶试样可能会过于黏稠导致无法读数。显然此类样品符合规格要求,但如果由于其他原因需要读取数据,可使用 2 号转子,并在 0~100 或 0~500 的刻度范围内读取数据。

A.5 总灰分的测定

取 A.3.3.1 制备的试样 1 g(精确至 0.000 2 g),按 GB 5009.4 规定的方法测定。

A.6 酸不溶灰分的测定

A.6.1 试剂与材料

盐酸溶液:1+9。

A.6.2 仪器和设备

A.6.2.1 电热恒温干燥箱。

A.6.2.2 坩埚(已煅烧至恒重)。

A.6.3 分析步骤

将经 A.5 得到的总灰分试样,置于 50 mL 烧杯中,缓缓加入 20 mL 盐酸溶液,煮沸 5 min,用干燥恒重的定量滤纸过滤,并用热水洗涤至无氯离子(加硝酸银溶液无白色沉淀或浑浊),将沉淀连同滤纸放入坩埚中,然后置于 800 ℃±25 ℃干燥箱中烘干至恒重。

A.6.4 结果计算

酸不溶灰分的质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

m_1 ——坩埚加酸不溶灰分的质量,单位为克(g);

m_2 ——坩埚的质量,单位为克(g);

m ——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。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.7 酸不溶物的测定

A.7.1 试剂与材料

硫酸。

A.7.2 仪器和设备

A.7.2.1 电热恒温水浴。

A.7.2.2 电热恒温干燥箱。

A.7.2.3 坩埚(经 105 ℃, 4 h 干燥处理)。

A.7.2.4 干燥器。

A.7.3 分析步骤

取 A.3.3.1 制备的试样 2 g(精确至 0.000 2 g), 溶于盛有 150 mL 水和 1.5 mL 硫酸的 250 mL 烧杯中。用表面皿盖住烧杯(必要时加入已恒重的助滤剂), 煮沸 0.5 h, 加热过程中用玻璃棒频繁摩擦烧杯内壁。加热完后, 使用已知质量的坩埚进行过滤。用热水洗涤滤渣数次, 将坩埚连同内容物于 105 ℃ 下干燥 3 h, 在干燥器内冷却后称量。

A.7.4 结果计算

酸不溶物的质量分数 w_3 , 按式(A.3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2 - m_3}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

m_1 ——最终称量的总质量, 单位为克(g);

m_2 ——助滤剂的质量, 单位为克(g);

m_3 ——坩埚的质量, 单位为克(g);

m ——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。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 2.0%。

A.8 pH 的测定

用无二氧化碳的水配成 1→100 的试样溶液(悬浮液), 按 GB/T 9724 规定的方法测定。

A.9 残留溶剂(异丙醇、甲醇)的测定

A.9.1 试剂和材料

A.9.1.1 GB/T 6682 规定的一级水。

A.9.1.2 待测组分标准品: 异丙醇和甲醇, 色谱纯。

A.9.1.3 空白试样: 含非常少溶剂的试样。

A.9.1.4 3-甲基-2-戊酮: 作为内标物用, 色谱纯。

A.9.2 仪器和设备

气相色谱仪: 配备氢火焰离子化检测器(FID)和顶空进样器。

A.9.3 参考色谱条件

A.9.3.1 色谱柱: 石英毛细管柱($\phi 0.53$ mm \times 0.8 m)和($\phi 0.53$ mm \times 30 m), 涂层为 100% 二甲基聚硅氧烷, 涂层厚度分别为 1 μ m 和 5 μ m。或同等性能的色谱柱。

- A.9.3.2 载气:氦气。
- A.9.3.3 载气流速:5 mL/min。
- A.9.3.4 柱温:35 °C保持 5 min,以 5 °C/min 升温至 90 °C,保持 6 min。
- A.9.3.5 进样口温度:140 °C。
- A.9.3.6 检测器温度:300 °C。
- A.9.3.7 进样量:1.0 mL。

A.9.4 参考顶空进样条件

- A.9.4.1 试样加热温度:60 °C。
- A.9.4.2 试样加热时间:10 min。
- A.9.4.3 注射器温度:70 °C。
- A.9.4.4 传质温度:80 °C。

A.9.5 分析步骤

A.9.5.1 内标溶液的制备

移取 50.0 mL 水到一个 50 mL 进样瓶中,封盖,称重进样瓶,精确至 0.000 1 g。移取 15 μL 3-甲基-2-戊酮,通过隔片将其注入进样瓶中,混匀,再称重进样瓶,精确至 0.01 g。

A.9.5.2 空白溶液的制备

称取 0.2 g 空白试样(精确至 0.000 1 g),置于顶空瓶中,加入 5.0 mL 水和 1.0 mL 内标溶液,60 °C 加热 10 min 并剧烈振摇,混匀。

A.9.5.3 标准溶液的制备

称取 0.2 g 空白试样(精确至 0.000 1 g),置于顶空瓶中,加入 5.0 mL 水和 1.0 mL 内标溶液,通过隔片注入 4 μL 待测组分标准品(对每个溶剂分别分析),再称重进样瓶,注入后 60 °C 加热 10 min 并剧烈振摇,混匀。

A.9.5.4 试样溶液的制备

称取 5 g 试样(精确至 0.000 1 g),置于加入 200 mL 水的圆底蒸馏烧瓶中(加 1 mL 消泡剂)振摇 1 h。蒸馏出 100 mL 转移至 200 mL 容量瓶中,加水定容至刻度,混匀。称取 8 g(精确至 0.000 1 g)上述溶液,置于顶空瓶中,加入 1.0 mL 内标溶液,60 °C 加热 10 min 并剧烈振摇,混匀。

A.9.5.5 测定

在 A.9.3 和 A.9.4 参考操作条件下,分别对空白溶液、标准溶液和试样溶液进行色谱分析。

A.9.6 结果计算

A.9.6.1 校准因子 f_i

校准因子 f_i 按式(A.4)计算:

$$f_i = \frac{m_i \times 50}{m_s \times (A_f - A_g)} \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

m_i ——标准溶液中待测组分的质量,单位为毫克(mg);

50 ——质量换算系数；

m_s ——标准溶液中内标物的质量，单位为毫克(mg)；

A_f ——标准溶液色谱图中待测组分峰面积与内标物峰面积的比值；

A_g ——空白溶液色谱图中待测组分峰面积与内标物峰面积的比值。

A.9.6.2 待测组分

待测组分(异丙醇或甲醇)的质量分数 w_i ，按式(A.5)计算：

$$w_i = \frac{A_i \times m_0 \times f_i}{m \times 50 \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.5)$$

式中：

A_i ——试样溶液色谱图中待测组分峰面积与内标物峰面积的比值；

m_0 ——内标物的质量，单位为毫克(mg)；

f_i ——校准因子；

m ——试样的质量，单位为克(g)；

50 ——体积换算系数；

1 000 ——质量换算系数。

由式(A.5)计算得到异丙醇、甲醇的含量 w_4 和 w_5 ，两者之和即为试样中残留溶剂的含量。

试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 2.0%。

GB 1886.169—2016《食品安全国家标准 食品添加剂 卡拉胶》 第 1 号修改单

本修改单经中华人民共和国国家卫生健康委员会和国家市场监督管理总局于 2021 年 2 月 22 日第 3 号公告批准,自 2021 年 2 月 22 日起实施。

(修改事项)

一、1 范围

将“本标准适用于以红藻(*Rhodophyceae*)类植物为原料,经水或碱液等提取并加工而成的食品添加剂卡拉胶。产品为 K(Kappa)、I(Iota)、λ(Lambda)三种基本型号的混合物。”修改为“本标准适用于以红藻(*Rhodophyceae*)类植物为原料,经水或碱液等提取并加工而成的食品添加剂卡拉胶。卡拉胶中常见的多糖为 K(Kappa)、I(Iota)、λ(Lambda)三种。”

二、2.3 微生物指标

将表 3“大肠埃希氏菌 CFU/g”指标“<10”修改为“<100”;将项目名称“沙门氏菌(25 g)”修改为“沙门氏菌(1 g)”。
