



中华人民共和国国家标准

GB 1886.31—2015

食品安全国家标准

食品添加剂 对羟基苯甲酸乙酯

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

前 言

本标准代替 GB 8850—2005《食品添加剂 对羟基苯甲酸乙酯》。

本标准与 GB 8850—2005 相比,主要变化如下:

——标准名称修改为“食品安全国家标准 食品添加剂 对羟基苯甲酸乙酯”。

食品安全国家标准

食品添加剂 对羟基苯甲酸乙酯

1 范围

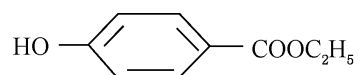
本标准适用于由对羟基苯甲酸和乙醇以硫酸为催化剂酯化而制成的食品添加剂对羟基苯甲酸乙酯。

2 分子式、结构式和相对分子质量

2.1 分子式



2.2 结构式



2.3 相对分子质量

166.17(按 2007 年国际相对原子质量)

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	取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下观察色泽和状态,嗅其气味,尝其滋味
状态	结晶粉末	
气味	无臭或有轻微的特殊香气	
滋味	微苦,灼麻	

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
对羟基苯甲酸乙酯(C ₉ H ₁₀ O ₃)含量(以干基计),w/%	99.0~100.5	附录 A 中 A.4
熔点/°C	115~118	附录 A 中 A.5
游离酸(以对羟基苯甲酸计),w/%	≤ 0.55	附录 A 中 A.6
硫酸盐(以 SO ₄ 计),w/%	≤ 0.024	附录 A 中 A.7
干燥减量,w/%	≤ 0.50	附录 A 中 A.8
灼烧残渣,w/%	≤ 0.05	附录 A 中 A.9
砷(As)/(mg/kg)	≤ 1.0	GB 5009.76
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤ 10.0	附录 A 中 A.10

附录 A 检验方法

A.1 安全提示

试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和健康措施。

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。试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂和制品,在没有注明其他要求时均按 GB/T 601、GB/T 602 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 试剂和材料

A.3.1.1 氢氧化钠溶液:40 g/L。

A.3.1.2 氯化钡溶液:250 g/L。

A.3.1.3 氢氧化钠溶液:80 g/L。

A.3.1.4 硫酸溶液:1+17。

A.3.1.5 碘溶液:12.7 g/L。

A.3.2 鉴别方法

A.3.2.1 称取约 0.5 g 试样,精确至 0.01 g,加 10 mL 氢氧化钠溶液(A.3.1.1)煮沸 30 min,蒸发至约 5 mL,冷却,加硫酸溶液使成酸性,过滤,水洗沉淀至滤液用氯化钡溶液检定不发生浑浊,然后将沉淀物在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥 1 h,按 GB/T 617 测定熔点,其终熔温度应在 $213\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 217\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围内。

A.3.2.2 称取 0.5 g 试样,精确至 0.01 g,加 5 mL 氢氧化钠溶液(A.3.1.3),置于沸水浴中加热 5 min,加 6 mL 硫酸溶液,冷却,过滤,滤液中加 5 mL 氢氧化钠溶液(A.3.1.3),温热至 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$,然后加 5 mL 碘溶液,出现三碘甲烷的气味,接着生成沉淀。

A.4 对羟基苯甲酸乙酯($\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}_3$)含量(以干基计)的测定

A.4.1 方法原理

试样与一定量的氢氧化钠进行皂化反应,过量的氢氧化钠用硫酸标准滴定溶液滴定,用 pH 计指示终点。根据消耗硫酸标准滴定溶液的体积,计算对羟基苯甲酸乙酯的含量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 氢氧化钠溶液:40 g/L。

A.4.2.2 缓冲溶液:25 $^{\circ}\text{C}$ 时,pH 为 4.01 和 6.86 的缓冲溶液,按 GB/T 9724 中的 4.2 和 4.3 配制。

A.4.2.3 硫酸标准滴定溶液： $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=1\text{ mol/L}$ 。

A.4.3 仪器和设备

pH 计：精度为 pH 0.1。

A.4.4 分析步骤

A.4.4.1 按 GB/T 9724 进行 pH 计调试。

A.4.4.2 称取约 2 g 在 $80\text{ }^\circ\text{C}\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥 2 h 后的试样，精确至 0.000 2 g，置于 250 mL 的碘量瓶中，准确加入 40 mL 氢氧化钠溶液，缓缓加热至沸，回流 1 h，冷却至室温，定量转移至烧杯中，移到事先用 pH=6.86 缓冲溶液调好的 pH 计上，用硫酸标准滴定溶液滴定至 pH 为 6.50，并稳定 30 s，即为终点。

A.4.4.3 在测定的同时，按与测定相同的步骤，对不加试样而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

A.4.5 结果计算

对羟基苯甲酸乙酯($\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}_3$)含量的质量分数 ω_1 ，按式(A.1)计算：

$$\omega_1 = \frac{V_1 - V_2}{1\ 000} \times c \times M}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(\text{A.1})$$

式中：

V_1 ——空白试验消耗硫酸标准滴定溶液(A.4.2.3)的体积，单位为毫升(mL)；

V_2 ——试样消耗硫酸标准滴定溶液(A.4.2.3)的体积，单位为毫升(mL)；

1 000 ——毫升和升的转换系数；

c ——硫酸标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

M ——对羟基苯甲酸乙酯的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)， $[M(\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}_3)=166.2]$ ；

m ——试样的质量，单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

A.5 熔点的测定

A.5.1 毛细管法(仲裁法)

按 GB/T 617 的规定进行。以终熔温度作为测定结果。取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3 $^\circ\text{C}$ 。

A.5.2 数字熔点仪法

A.5.2.1 仪器和设备

数字熔点仪：控温精度为 $\pm 0.5\text{ }^\circ\text{C}$ 。

A.5.2.2 分析步骤

按熔点仪的操作说明书进行调节、校正熔点仪。调节仪器温度至 112 $^\circ\text{C}$ 。将烘干的试样研细装入洁净干燥的熔点管中，取长约 800 mm 的干燥空心玻璃管直立于玻璃或瓷板上，将装有试样的熔点管在其中投落 15 次以上，直到熔点管上样品紧缩至 3 mm~5 mm 高或适当高度，待仪器的温度稳定后，将装有试样的熔点管插入进样孔，调节零点，以 1 $^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率升温，数分钟后仪器显示试样的初熔和终

熔温度。以终熔温度作为测定结果。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.5 °C。

A.6 游离酸(以对羟基苯甲酸计)的测定

A.6.1 试剂和材料

A.6.1.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.6.1.2 甲基红指示液:1 g/L。

A.6.2 分析步骤

称取 0.75 g 试样,精确至 0.01 g,置于 15 mL 约 80 °C 热水中加热 1 min,冷却,过滤,取 10 mL 滤液,加 2 滴甲基红指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至黄色,稳定 30 s 即为终点,消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积不应超过 0.20 mL,即为游离酸质量分数小于等于 0.55%。

A.7 硫酸盐(以 SO_4 计)的测定

A.7.1 试剂和材料

A.7.1.1 盐酸溶液:1+3。

A.7.1.2 氯化钡溶液:250 g/L。

A.7.1.3 硫酸盐(SO_4)标准溶液:0.1 mg/mL。

A.7.1.4 标准溶液的配制:取 0.96 mL 硫酸盐(SO_4)标准溶液于 50 mL 比色管中,加 5 mL 盐酸溶液及 3 mL 氯化钡溶液,摇匀,放置 10 min。

A.7.2 分析步骤

称取 1.0 g 试样,精确至 0.01 g,加 100 mL 热水,充分振摇混合,加热 5 min,冷却,加水至 100 mL,过滤,取滤液 40 mL 于 50 mL 比色管中,加 5 mL 盐酸溶液及 3 mL 氯化钡溶液,摇匀,放置 10 min,所呈浊度不应大于标准,即为硫酸盐(以 SO_4)质量分数小于等于 0.024%。

A.8 干燥减量的测定

A.8.1 分析步骤

称取 2 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于已预先于 80 °C ± 2 °C 干燥至质量恒定的直径 45 mm 高 25 mm 的称量瓶中,分布均匀,于 80 °C ± 2 °C 干燥 2 h,取出,冷却至室温,称量。

A.8.2 结果计算

干燥减量的质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算:

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

式中:

m_1 ——干燥前试样的质量,单位为克(g);

m_2 ——干燥后试样的质量,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%。

A.9 灼烧残渣的测定

按 GB/T 9741 的规定进行。测定时,称取 5 g 试样,精确至 0.000 2 g。灼烧温度为 $500\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.01%。

A.10 重金属(以 Pb 计)的测定

A.10.1 试剂和材料

A.10.1.1 丙酮。

A.10.1.2 硫化钠溶液:称取硫化钠 5 g,精确至 0.01 g,用水 10 mL 和甘油 30 mL 混合溶解。此溶液使用期限为两周。

A.10.1.3 乙酸溶液:1→20。

A.10.1.4 铅(Pb)标准溶液:10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

A.10.2 分析步骤

称取 2.0 g 试样,精确至 0.001 g,于 50 mL 比色管中,加 25 mL 丙酮溶解,加 2 mL 乙酸溶液,用水稀释至 50 mL,加 2 滴硫化钠溶液,摇匀,于暗处放置 10 min,所呈颜色不应深于标准。

标准溶液的配置是吸取 2.00 mL 铅(Pb)标准溶液,用水稀释至 50 mL,加 2 滴硫化钠溶液,摇匀。
