

中华人民共和国国家标准

GB 1886.68—2015

食品安全国家标准

食品添加剂 二甲基二碳酸盐 (又名维果灵)

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 二甲基二碳酸盐 (又名维果灵)

1 范围

本标准适用于以氯甲酸甲酯和碱溶液为原料,在催化剂作用下,经缩合反应,分离纯化制得的食物添加剂二甲基二碳酸盐。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子量

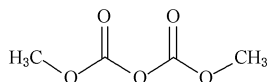
2.1 化学名称

二甲基二碳酸盐

2.2 分子式

$C_4H_6O_5$

2.3 结构式



2.4 相对分子量

134.087 4(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	常温下为无色透明液体	取适量样品置于无色透明的密闭玻璃容器中,在自然光线下,观察其色泽
注:该产品具有刺激性气味,不宜直接嗅闻,操作时需在通风柜进行。		

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
二甲基二碳酸盐, $w/\%$	\geq 99.8	附录 A 中 A.4
碳酸二甲酯, $w/\%$	\leq 0.2	附录 A 中 A.5
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq 2.0	GB 5009.12

附录 A 检验方法

A.1 警示

二甲基二碳酸盐对眼睛、皮肤和呼吸系统具有腐蚀性,吸入或误食会导致中毒。操作时应在通风良好的状态下进行,操作者应做好个人防护(如戴化学安全防护眼镜、橡胶耐油手套,必要时佩戴过滤式防毒面具)。

A.2 一般规定

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯及以上的试剂,实验室用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规定。试验方法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 溶解性

易溶于甲苯、二氯甲烷等有机溶剂。稀释到水中后迅速分解,产生微量的二氧化碳和甲醇。

A.3.2 红外谱图

在 1 130 nm 和 1 800 nm 附件区域有最大吸收峰,红外谱图参见附录 B 中的图 B.1。

A.4 二甲基二碳酸盐的测定

A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 丙酮。

A.4.1.2 二丁胺氯苯溶液:称取二丁胺 120 g,精确到 0.01 g,溶于 1 L 氯苯中。

A.4.1.3 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$ 。

A.4.2 仪器和设备

电位滴定仪,分辨率:1 mV 或更高。

A.4.3 分析步骤

称取 1.0 g~1.3 g 样品,精确至 0.000 1 g,置于已加入约 70 mL 丙酮的 150 mL 烧杯中,准确加入 20 mL 二丁胺氯苯溶液,边加边搅拌,用盐酸标准滴定溶液滴定,电位滴定法指示终点。同时进行空白试验。

A.4.4 结果计算

二甲基二碳酸盐的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

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

式中：

- V_1 ——样品消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——空白试验消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- c ——盐酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- M ——二甲基二碳酸盐的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), [$M(\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_5) = 134.09$];
- m ——试样的质量,单位为克(g);
- 1 000 ——换算系数。

A.5 碳酸二甲酯的测定

A.5.1 试剂和材料

甲基异丁基酮。

A.5.2 仪器和设备

A.5.2.1 气相色谱仪:配有火焰离子化检测器。

A.5.2.2 进样器:带冷柱头型的进样器,或石英针头的微量注射器(用于手动进样)。

A.5.3 色谱分析条件

推荐的色谱柱及典型操作条件见表 A.1,各组分的近似保留时间见表 A.2,碳酸二甲酯含量测定的典型色谱图见附录 B 中图 B.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 色谱柱和典型色谱操作条件

项 目	条 件
色谱柱	柱长 50 m,柱内径 0.3 mm,涂有 SE 30-D 的毛细管柱
升温程序	初始温度 30 °C,保持 5 min,以 40 °C/min 的速度升温到 120 °C,最终温度:120 °C,保持 5 min
气化室温度/°C	室温(约 25 °C)
检测器温度/°C	200
载气(氦气)柱前压/kPa	300
柱流量/(mL/min)	2.0
燃气(氢气)流量/(mL/min)	35
助燃气(空气)流量/(mL/min)	300
补充气流量/(mL/min)	28
进样量/ μL	2

表 A.2 各组分的近似保留时间

组分名称	近似保留时间/min
碳酸二甲酯	5.5
甲基异丁基酮	7.2
二甲基二碳酸盐	8.8

A.5.4 分析步骤

称取约 10 g 样品,精确至 0.000 1 g,放入带盖的瓶中。加入一定量的甲基异丁基酮,与预计的碳酸二甲酯含量一致(约 20 mg,精确到 0.1 mg)。密封,充分混匀后进样 2 μ L。

A.5.5 结果计算

碳酸二甲酯的质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{A \times m_1 \times f}{A_1 \times m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

A ——碳酸二甲酯的峰面积;

m_1 ——甲基异丁基酮的质量,单位为毫克(mg);

f ——碳酸二甲酯的校正系数,相同质量的甲基异丁基酮和碳酸二甲酯(如:各 20 mg,精确到 0.1 mg),加入到一定量二甲基二碳酸盐中(如:10.0 g),充分混匀,进样 2 μ L,气相色谱测定,甲基异丁基酮和碳酸二甲酯峰面积之比,即为碳酸二甲酯的校正系数;

A_1 ——甲基异丁基酮的峰面积;

m ——试样的质量,单位为毫克(mg)。

附录 B

二甲基二碳酸盐的红外谱图及碳酸二甲酯测定色谱图

B.1 二甲基二碳酸盐的红外谱图

二甲基二碳酸盐的红外谱图见图 B.1。样品纯度为 99.9%，直接上样于光路系统的样品窗口，选择反射模式测试得到的谱图。

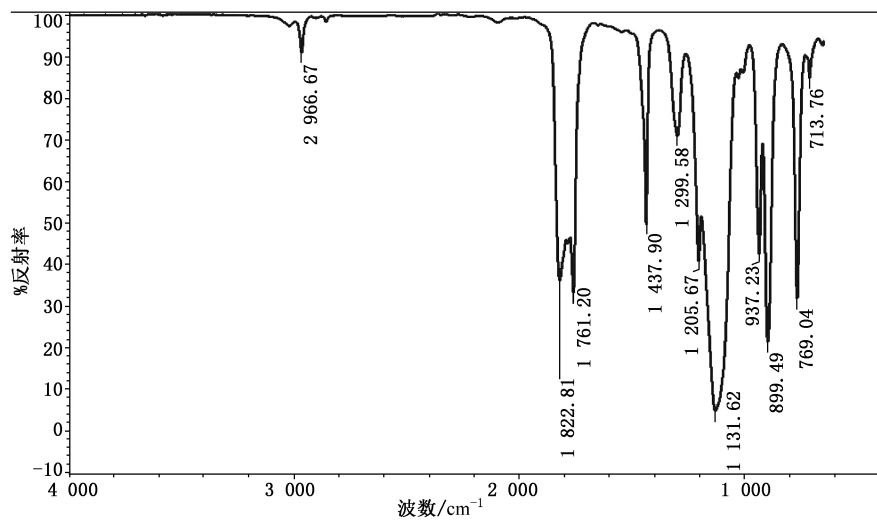


图 B.1 二甲基二碳酸盐的红外谱图

B.2 碳酸二甲酯测定色谱图

碳酸二甲酯测定色谱图见图 B.2。

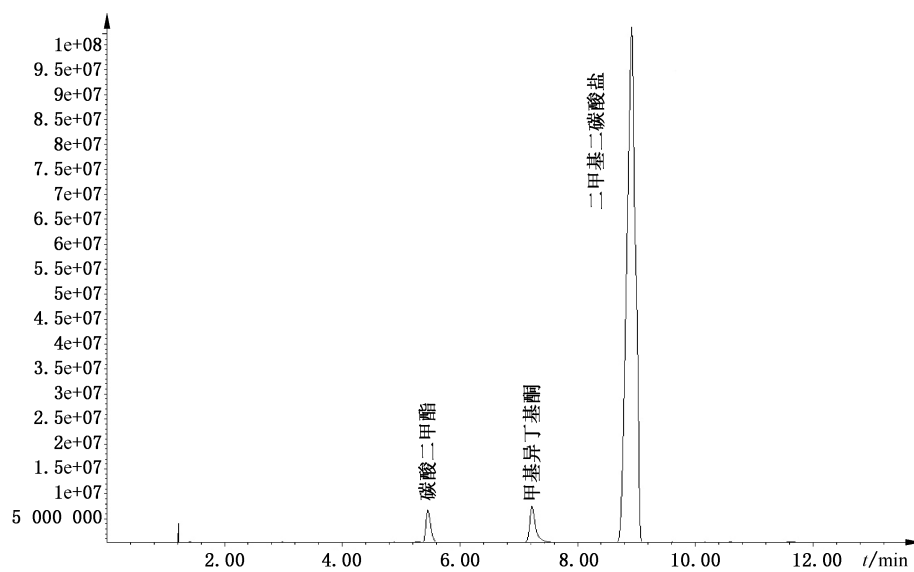


图 B.2 碳酸二甲酯测定色谱图