

食品添加剂 卡拉胶

Food additive—Carrageenan

1 主题内容与适用范围

本标准规定了食品添加剂卡拉胶的技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存。

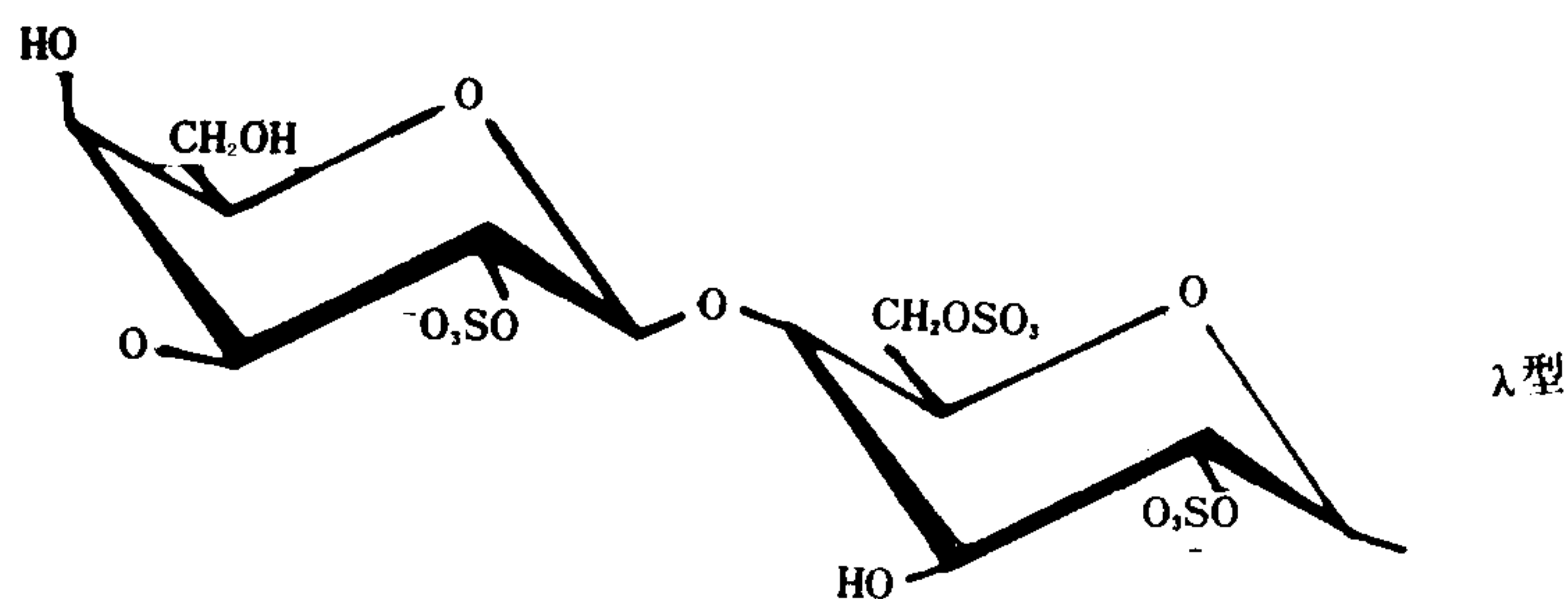
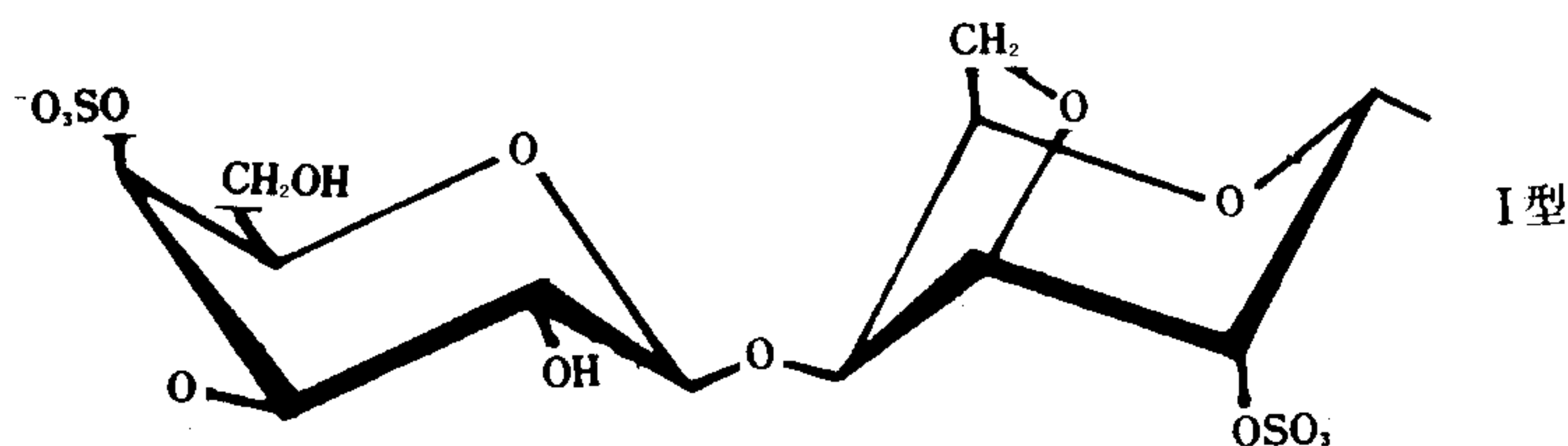
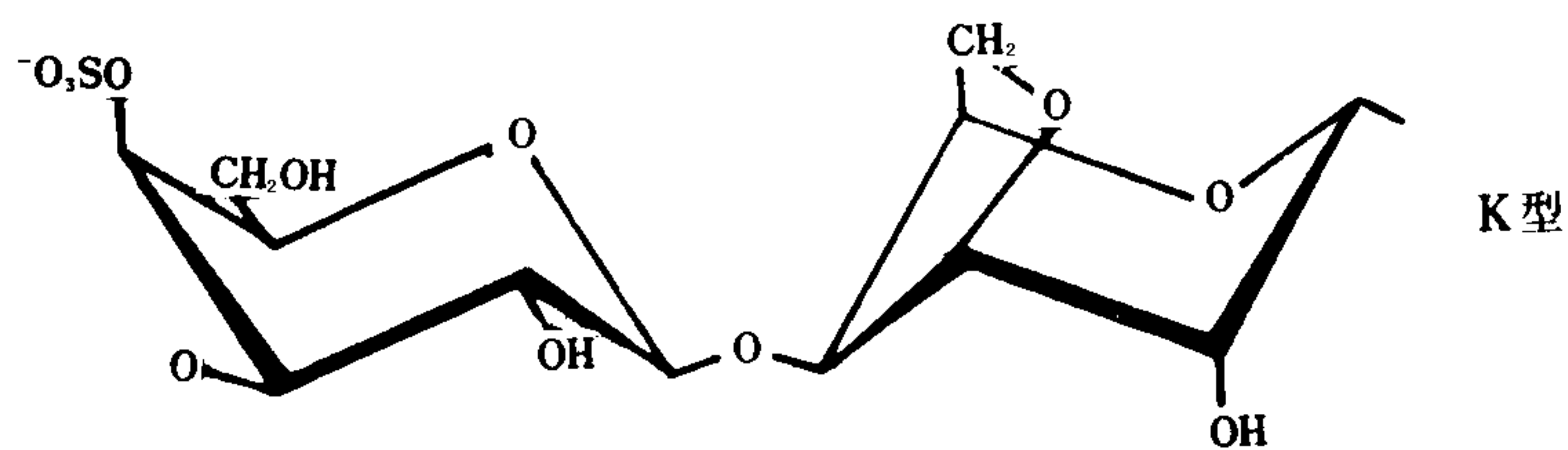
本标准适用于从红藻类植物中用水或碱液浸出并经脱水干燥精制而成的 K(Kappa)、I(Iota)、λ(Lambda)三种基本型号卡拉胶的混合物。在食品工业中作为增稠剂、凝固剂。

2 引用标准

- GB 7718 食品标签通用标准
- GB 8449 食品添加剂中铅的测定方法
- GB 8450 食品添加剂中砷的测定方法

3 产品分类

结构式：



4 技术要求

4.1 外观和感官要求

本品为灰白色、淡黄色至棕黄色粉末,无可见的杂质,无臭、无异味。

4.2 理化指标

应符合下表要求。

项 目	指 标
硫酸酯(以 SO_4^{2-} 计),%	15~40 ¹⁾
粘度,Pa·s	\geq 0.01
干燥失重,%	\leq 15
总灰分,%	\leq 30
酸不溶灰分,%	\leq 1
铅(以 Pb 计),%	\leq 0.001
砷,%	\leq 0.0002

注:1) 因卡拉胶的结构类型不同而不同。

5 试验方法

本试验所用水均为蒸馏水或去离子水,所用试剂均为分析纯试剂。

5.1 外观和感官检查

将样品放在白色滤纸上,目视法观察其颜色及杂质,嗅其味。

5.2 鉴别

5.2.1 试剂和溶液

- a. 乙醇(GB 679):85%溶液;
- b. 氯化钾(GB 646):2.5%溶液;
- c. 亚甲基蓝(HGB 3394):1:100 溶液。

5.2.2 试验程序

5.2.2.1 称取样品 4g,加到 200mL 蒸馏水中,加热至 80℃,不断搅拌直至样品溶解,用蒸馏水补充蒸发损失的水分,使溶液冷却至室温,变成半透明粘滞液体,并能产生凝胶状物。

5.2.2.2 取 5.2.2.1 溶液 50mL,加入 200mL 氯化钾溶液(5.2.1b),重新加热并充分混匀,移出冷却,用玻璃棒试样品,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,那就是以 λ 型为主的卡拉胶。

5.2.2.3 取 5.2.2.1 溶液 5mL,加入 1 滴亚甲基蓝溶液(5.2.1c),产生纤维状沉淀。

5.2.2.4 测定按下述方法制得的样品的凝胶和非凝胶成分的红外吸收光谱。

称取样品 2g,加入 200mL 氯化钾溶液(5.2.1b),搅拌 1h,静置过夜,再搅拌 1h,移入离心管(如果扩散液太粘,不能移动,可用不超过 200mL 氯化钾溶液稀释),以接近 1000r/min 的速度,离心 15min。

移去上层清液,残留物中再加入 200mL 氯化钾溶液(5.2.1b),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 2 倍的乙醇溶液(5.2.1a),使其凝结(注意保留沉淀物供以后使用),回收凝结胶并用 250mL 乙醇溶液清洗。从凝结胶中压出过量的液体,在 60℃ 下干燥 2h,得到的样品是非凝胶成分(λ 型卡拉胶)。

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

将上述每种样品配制成 0.2% 的水溶液,在适宜的非粘性表面上(如聚四氟乙烯 polytetrafluoroethylene)浇成 0.000 5cm 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 1000 到 1100 cm^{-1} 。

5.3 硫酸酯

5.3.1 仪器

- a. 高温炉;
- b. 分析天平:感量 0.000 1g;
- c. 烧杯:100、250、300mL;
- d. 玻璃试管: ϕ 13mm \times L180mm;
- e. 玻璃三角漏斗: ϕ 8cm;
- f. 瓷坩埚:20mL;
- g. 定性、定量滤纸: ϕ 12.5cm。

5.3.2 试剂和溶液

- a. 盐酸(GB 622):6 mol/L 溶液;
- b. 氯化钡(GB 652):0.1 mol/L 溶液。

5.3.3 试验程序

称取经 105 $^{\circ}\text{C}$ 烘干至恒重的样品 0.5g(准确至 0.000 2g),装于玻璃试管中,加入 20mL 盐酸溶液(5.3.2a),密封后放进烘箱在 105 \pm 1 $^{\circ}\text{C}$ 水解 6h,然后取出,用定性滤纸过滤,并用热蒸馏水反复洗涤至洗出液无氯离子为止。将得到的滤液与洗出液合并煮沸,在玻璃棒不断搅拌下滴入约 10mL 氯化钡溶液(5.3.2b),保持近沸状态约 2h,沉淀,然后用定量滤纸过滤,并用热蒸馏水洗涤脱氯,将沉淀连同滤纸放进已经煅烧恒重的坩埚中,置于高温炉内盖好,先在 200~300 $^{\circ}\text{C}$ 下炭化滤纸,然后升温至 750~800 $^{\circ}\text{C}$ 煅烧 40min,待炉温降至 200 $^{\circ}\text{C}$ 后,取出坩埚置于干燥器内,冷却至室温,称重。

5.3.4 计算

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.4116}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中: X_1 ——样品的硫酸酯含量, %;

m_1 ——瓷坩埚加残渣的质量, g;

m_2 ——瓷坩埚的质量, g;

m ——样品的质量, g;

0.4116——硫酸钡折算成硫酸根(SO_4^{2-})的系数。

5.3.5 二次测定值之差不得超过 0.1%。

5.4 粘度

5.4.1 仪器:NDJ-1 型旋转粘度计。

5.4.2 溶液:1.5%卡拉胶溶液。

5.4.3 试验程序

称取样品 7.5g(准确至 0.000 2g),放于已恒重的 600mL 烧杯内,加入蒸馏水 450mL,搅拌 10~20min,使样品充分扩散在水中,再加蒸馏水使扩散液的最后重量达 500g,在水浴中加热,不断搅拌,20~30min 后,温度升至 80 $^{\circ}\text{C}$,停止加热。加水调整蒸发损失,冷却至 76~77 $^{\circ}\text{C}$,移到 75 $^{\circ}\text{C}$ 的恒温槽中。预先将粘度计的摆锤和防护套在水中加热至 75 $^{\circ}\text{C}$ 干燥后,安装在带有真空 1 $^{\#}$ 转子的粘度计上,以 30r/min 的速度旋转多周后,待标尺盘上指针保持稳定,方可得出读数。

5.4.4 计算

$$\eta = K \cdot X_2 \dots\dots\dots (2)$$

式中: η ——样品的粘度, Pa \cdot s;

K ——系数;

X_2 ——指针所指的读数(偏转角度)。

5.5 干燥失重

5.5.1 仪器

- a. 分析天平:感量 0.000 1g;
- b. 称量瓶:φ5cm;
- c. 恒温干燥箱:105±2℃。

5.5.2 试验程序

称取样品 1g(准确至 0.000 2 g),放于已烘干称至恒重的称量瓶中铺匀,开盖在 105℃干燥箱中干燥 4h,冷却,称重。

5.5.3 计算

$$X_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中: X_3 ——样品的干燥失重,%;

m_1 ——干燥前称量瓶加样品的质量,g;

m_2 ——干燥后称量瓶加样品的质量,g;

m ——样品的质量,g。

5.5.4 二次测定值之差不得超过 0.1%。

5.6 总灰分

5.6.1 仪器

- a. 分析天平:感量 0.000 1g;
- b. 瓷坩埚:20~30mL;
- c. 高温炉。

5.6.2 试验程序

称取经 105℃烘干至恒重的样品 1g(准确至 0.000 2g),放在已煅烧至恒重的坩埚中,置于高温炉内煅烧至完全炭化,然后逐渐升高温度至 700℃,使完全灰化至恒重。保留此样品 A 用于酸不溶灰分的测定。

5.6.3 计算

$$X_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中: X_4 ——样品的总灰分,%;

m_1 ——坩埚加灰分的质量,g;

m_2 ——坩埚的质量,g;

m ——样品的质量,g。

5.6.4 二次测定值之差不得超过 0.1%。

5.7 酸不溶灰分

5.7.1 仪器

- a. 分析天平:感量 0.000 1g;
- b. G₂砂芯漏斗;
- c. 恒温干燥箱:105±2℃。

5.7.2 试剂和溶液

盐酸(GB 622):10%(V/V)溶液。

5.7.3 试验程序

使用由测定总灰分所留下来的样品 A,置于 50mL 烧杯中,缓缓加入 20mL 盐酸溶液(5.7.2),煮沸 5min,用恒重的砂芯漏斗过滤,并用热蒸馏水洗涤至无氯离子,然后置于 105℃干燥箱中烘干至恒重。

5.7.4 计算

$$X_5 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中： X_5 ——样品的酸不溶灰分，%；

m_1 ——漏斗加酸不溶灰分的质量，g；

m_2 ——漏斗的质量，g；

m ——样品的质量，g。

5.8 铅

按 GB 8449 经干法消化后进行。

5.9 砷

按 GB 8450 经干法消化之砷斑法进行。

6 检验规则

6.1 产品需经生产厂的技术部门检验合格后方可出厂，并在每箱中放检验合格证书一份，合格证书内容包括生产厂名、注册商标、批号、数量、生产日期、保质期、检验员和标准编号。

6.2 使用单位有权按本标准各项规定，核验所收到的产品质量是否符合本标准的要求，每一批号作一次验收。

6.3 产品在规定条件的有效保质期内，使用单位对产品质量提出质疑时，生产厂应按本标准进行复验，如仍有争议，由双方协商或委托质检、卫生监测部门进行仲裁检验，其检验费应由责任方承担。

6.4 取样时应从每批件数的 10% 中抽样，小批时不得少于 3 件，从抽样的件数中，每件抽取 10g，每批的总样品重量不得少于 200g（应不少于检验的需量的三倍）。将样品混合后分两份装于塑料袋内密封保存，并注明厂名、样品名称、批次、生产日期、取样日期，一份送检验，一份留样备查，以供复查、仲裁用。

6.5 检验结果如有一项指标不符合本标准的要求，应重新抽两倍量的样品复验。复验结果仍不合格，则该批产品为不合格产品，不予验收。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 产品包装规格分为 250g、25kg 两种，允许公差为 ±2%。

7.2 产品必须用可作食品包装的无毒塑料袋为内包装。袋口封闭严实，外面用纸箱作外包装。

7.3 塑料包装袋上应标有“食品添加剂”字样，标签应符合 GB7718 要求，即标有产品名称、主要指标含量、注册商标、批号、净重、生产厂名、厂址、生产日期、保质期和标准编号。外包装纸箱上应印有牢固的“食品添加剂”字样及产品名称、注册商标、批号、净重、体积、生产厂名、厂址、制造日期、标准编号和小心轻放、防热、防晒、防潮等标志。每箱产品应附有产品合格证。

7.4 产品运输必须轻卸轻放，防止日晒、雨淋，并远离热源，不得与有害、有毒和易污染物品一起混运。

7.5 产品应贮存在干燥、通风、清洁的室内仓库里，避免受潮。不得与有毒、易污染物品混存。

7.6 产品的保质期为一年。

附加说明：

本标准由中国轻工总会提出。

本标准由全国食品发酵标准化中心和卫生部食品卫生监督检验所归口。

本标准由广东省湛江市轻工业设计研究所、湛江游乐士食品企业公司、轻工业部食品发酵工业科学研究所和广东省食品卫生监督检验所负责起草。

本标准主要起草人黄云辉、黎一平、贾天敏、潘江球、许康华。