

中华人民共和国国家标准

GB 1886.25-2024

食品安全国家标准

食品添加剂 甲基纤维素

2024.02.03 发布

2024.03.03 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国家市场监督管理总局发布

前　　言

本标准代替 GB 188626-2016《食品安全国家标准 食品添加剂 甲基纤维素》。

本标准与 GB 188626-2016 相比, 主要变化如下:

- 修改了相对分子质量;
- 修改了鉴别试验中的试剂表述;
- 修改了黏度的检验方法。

食品安全国家标准

食品添加剂 甲基纤维素

1 范围

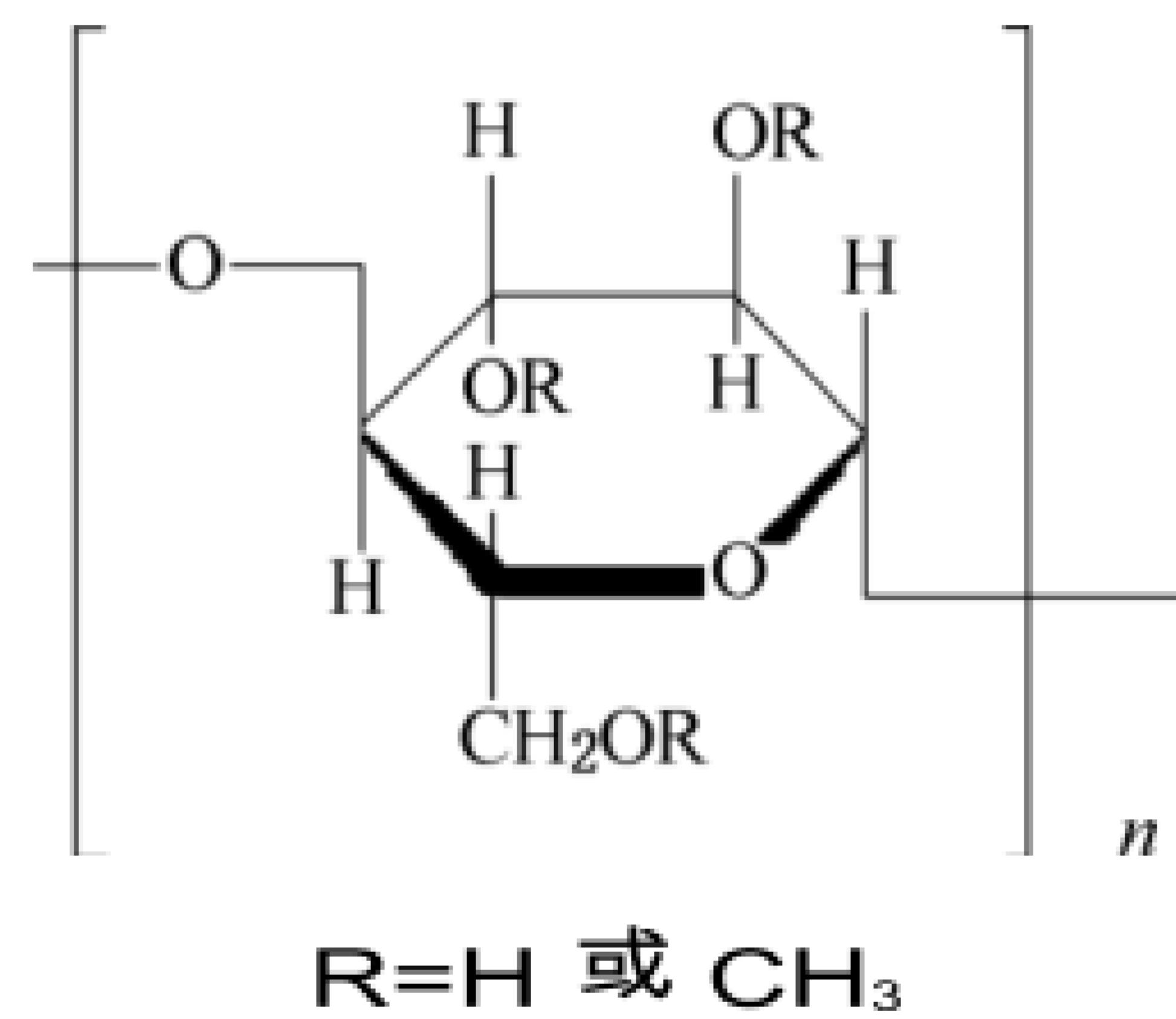
本标准适用于以木浆或棉浆等天然纤维素为原料经碱化和醚化处理后再经洗涤、干燥后制得的食品添加剂甲基纤维素。

2 化学名称、结构式、分子式和相对分子质量

2.1 化学名称

纤维素甲基醚

2.2 结构式



2.3 分子式



其中 $x=100\sim155$, $y=200\sim145$, $x+y=300$ (y =取代度)

2.4 相对分子质量

未取代的结构单元 162.14 (按 2018 年国际相对原子质量)

取代度为 145 的结构单元 182.46 (按 2018 年国际相对原子质量)

取代度为 20 的结构单元 190.20 (按 2018 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	白色或近白色	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 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(以干基计) $\text{w}/\%$	275~315	附录A中A3
黏度/(mPa·s)	标示黏度 ≤ 100 的产品 标示值的 $80\% \sim 120\%$	A4
	标示黏度 >100 的产品 标示值的 $75\% \sim 140\%$	
干燥减量 $\text{w}/\%$	≤ 50	GB 5009.3 直接干燥法 ^a
灼烧残渣 $\text{w}/\%$	≤ 15	GB/T 9741 ^b
铅(Pb)(mg/kg)	≤ 20	GB 5009.12

^a 干燥温度为 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$,时间为2h。

^b 灼烧温度为 $800^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$,时间为15min。

附录 A

检验方法

A 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。试验中所用标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602、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 鉴别试验

A 试剂和材料

A 氢氧化钠。

A 盐酸。

A 氢氧化钠溶液 (1 mol/L) 称取 4g 氢氧化钠溶解于 100 mL 水中。

A 盐酸溶液 (1 mol/L) 吸取 833 mL 浓盐酸，溶于水并稀释至 100 mL。

A 试样液制备

在盛有 100 mL 水的烧杯 (液面) 中的液面上散布试样 1 g，静置，当试样绝大部分变成透明的黏性溶液后 (约 5 h)，振荡烧杯并用玻璃棒搅拌至试样完全溶解。

A 鉴别方法

A 10 mL 试样液，加入同体积的氢氧化钠溶液或盐酸溶液时，此时，混合液应保持透明、有黏性。

A 取 10 mL 试样液，加热，溶液产生雾状和片状沉淀，冷却后又溶解。

A 取 10 mL 试样液，倾倒在玻璃板上，蒸发除去水分，形成白色薄膜。

A 甲氧基 (-OCH₃) 含量 (以干基计) 的测定

A 方法原理

利用试样中甲氧基 (-OCH₃) 与氢碘酸作用生成易挥发的甲基碘，以甲苯为内标，采用气相色谱法测定甲基碘，根据测定生成的甲基碘的量来计算试样中甲氧基 (-OCH₃) 的含量。

警示——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。在处理热玻璃瓶时由于压力故应极其小心。如果不慎接触氢碘酸应用大量清水冲洗并立即寻求医疗帮助。

A 试剂和材料

A 甲苯。

A 邻二甲苯。

A 己二酸。

A 氢碘酸。

A 甲基碘。

A 内标溶液 称取 25 g 甲苯，精确至 0.001 g，用邻二甲苯稀释至 100 mL。

标准溶液 称取 135 mg 己二酸, 精确至 0.001 g, 置于合适的血清瓶中, 加入 40 mL 氢碘酸, 再加入 40 mL 内标溶液, 用隔膜盖封住瓶口, 称量。通过隔膜注入 90 μL 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 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 参考色谱条件

色谱柱 $18\text{ m} \times 4\text{ mm}$ 毛细管柱, 填料为 $125\text{ }\mu\text{m} \sim 150\text{ }\mu\text{m}$ 含 10% 甲基硅酮油的色谱纯硅藻土或其他等效色谱柱。

A 柱温 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A 进样口温度 $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A 检测器温度 $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A 载气 氮气。

A 流速 20 mL/min 。

A 进样量 $2\text{ }\mu\text{L}$ 。

A 分析步骤

A 试样溶液的制备

称取 0.065 g 试样, 精确至 0.001 g, 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, 称量后摇动 30 s, 在 $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下加热 20 min, 摆动后继续在 $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下加热 40 min, 冷却 45 min 后称量, 若质量损失超过 10 mg, 则弃掉, 重新制备试样溶液。

A 测定

分别吸取标准溶液和试样溶液上层液, 按 A33 参考色谱条件进行色谱分析, 记录色谱图(见附录 B), 在计算得到等质量甲苯和甲基碘的相对响应因子 F 后, 再计算出样品的甲氧基($-\text{OCH}_3$)含量(以干基计)。

A 结果计算

A 等质量甲苯和甲基碘的相对响应因子 F 按式(A1)计算:

$$F = \frac{M_1 \times A_2}{M_2 \times A_1} \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A1})$$

式中:

M_1 —标准溶液中甲基碘的质量, 单位为克(g);

A_2 —色谱图中甲苯的峰面积;

M_2 —标准溶液中甲苯的质量, 单位为克(g);

A_1 —色谱图中甲基碘的峰面积。

A 甲氧基($-\text{OCH}_3$)以干基计的含量 w 按式(A2)计算:

$$w = 2 \times \frac{31}{142} \times F \times \alpha \times \frac{m}{m_1(1-w)} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A2})$$

式中:

α —含量换算系数;

β_{MIB} ——甲氨基和甲基碘的相对分子质量之比；
 F ——实际测得的甲苯和甲基碘的相对响应因子；
 α ——试样溶液色谱图中甲基碘和甲苯的峰面积之比；
 m ——内标溶液中甲苯的质量，单位为克(g)；
 m_1 ——试样的质量，单位为克(g)；
 w ——试样的干燥减量%。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准，保留2位有效数字。在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过其算术平均值的10%。

A 黏度的测定

称取适量试样，加入事先用加热至80℃~90℃的水制成2g/100mL的试样溶液，在约400r/min条件下搅拌10min~20min，置于冰浴中继续搅拌40min后，将试样溶液的温度调整至20℃±01℃，再选择合适的旋转黏度计(Brookfield旋转黏度计或其他同等性能黏度计)按表A1进行测定。

若试样在上述条件下不溶，则改为称取适量试样，加入事先用加热至80℃~90℃的水制成1g/100mL的试样溶液，在约400r/min条件下搅拌10min~20min，置于冰浴中冷却，冷却时继续搅拌40min，将试样溶液的温度调整至5℃±01℃，再选择合适的旋转黏度计(Brookfield旋转黏度计或其他同等性能黏度计)按表A1进行测定。

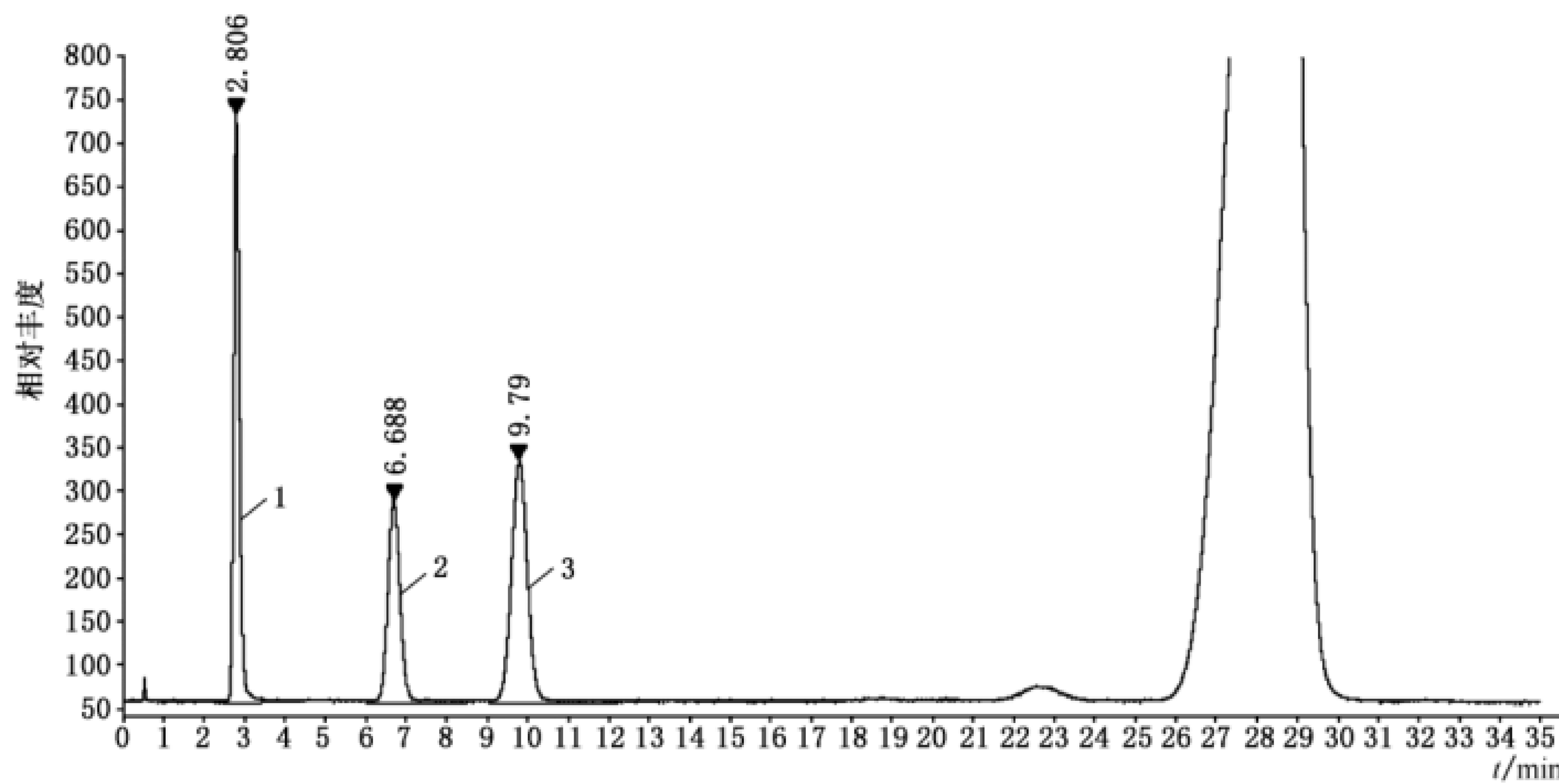
表 A1 旋转黏度计测试条件

测试温度	标示黏度 mPa·s	转子型号	转速 r/min	系数
$20^{\circ}\text{C} \pm 01^{\circ}\text{C}$	15~75	1	60	1
	75~300	2	60	5
	300~1400	3	60	20
	1400~3500	3	12	100
	3500~9500	4	60	100
	9500~99500	4	6	1000
	>99500	4	3	2000
$50^{\circ}\text{C} \pm 01^{\circ}\text{C}$	300~1400	SC434	30	20
	1400~6500	SC434	6	100

注：若针对不同试样旋转黏度计测试条件有调整应在标示的黏度值后说明调整后采用的旋转黏度计测试条件。

附录 B
甲氧基(OCH_3)含量测定方法的参考气相色谱图

甲氧基(OCH_3)含量测定方法的标准品和样品参考气相色谱图分别见图B1和图B2。



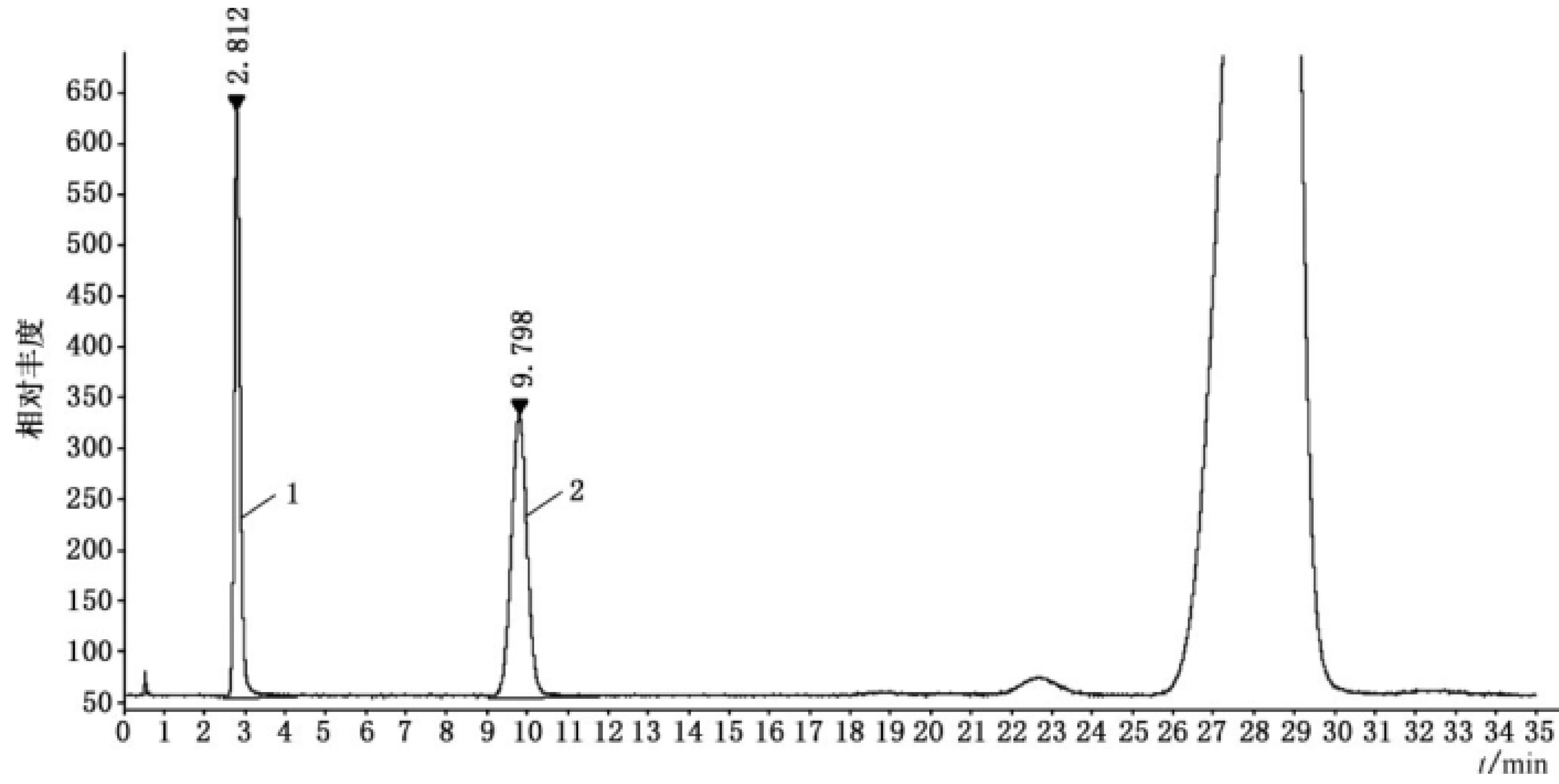
标引序号说明:

1—甲基碘;

2—甲苯;

3—邻二甲苯。

图 B1 标准品参考气相色谱图



标引序号说明:

1—甲基碘;

2—邻二甲苯。

图 B2 典型样品气相色谱图