



中华人民共和国国家标准

GB xxxx—xxxx

食品安全国家标准

食品添加剂 羟丙基甲基纤维素（HPMC）

（送审稿）

201x-xx-xx 发布

201x-xx-xx 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会

发布

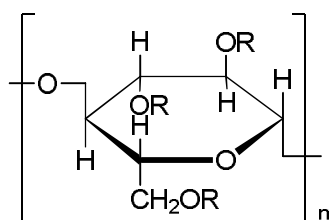
食品安全国家标准

食品添加剂 羟丙基甲基纤维素（HPMC）

1 范围

本标准适用于食品添加剂羟丙基甲基纤维素（HPMC）。

2 结构式



R=H或者CH₃或者CH₂CHOHCH₃

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 | 白色至灰白色 | 取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光下观察其色泽和状态 |
| 状态 | 纤维状粉末或颗粒 | |

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 | |
|--|-------------|------------------------------|------------|
| 甲氧基含量(-OCH ₃)(w)/% | 19.0~30.0 | 附录 A 中 A.4 | |
| 羟丙氧基含量(-OCH ₂ CHOHCH ₃) (w)/% | 3.0~12.0 | 附录 A 中 A.4 | |
| 干燥减量(w) /% | ≤ 5.0 | GB 5009.3 直接干燥法 ^a | |
| 灼烧残渣(w)/% | 黏度≥50mPa·s | ≤ 1.5 | GB/T 9741 |
| | 黏度<50mPa·s | | |
| 黏度/(mPa·s) | 黏度≤100mPa·s | 声称值的 80.0%~120.0% | 附录 A 中 A.5 |
| | 黏度>100mPa·s | 声称值的 75.0%~140.0% | |
| 铅(Pb)/(mg/kg) | ≤ 3 | GB 5009.12 | |

^a干燥温度为 105 °C ± 2 °C，干燥时间为 2 h。

附录 A

检验方法

A.1 安全提示

本标准试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，按相关规定操作，操作时需小心谨慎。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，要极度小心，因为它们有压力。万一不慎接触氢碘酸，要用大量水冲洗，并立即寻求医疗帮助。

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。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、试剂及制品，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 称取 1 g 试样，加入 100 mL 水，可在水中溶胀，形成透明呈乳白色黏稠状胶体溶液。

A.3.2 称取 1 g 试样，加入 100 mL 沸腾的水，搅拌均匀（保持部分此试样溶液，用于鉴别试验 A.3.3），此试样溶液呈糊状，冷却至 20 °C，形成清澈或半透明黏稠液体。

A.3.3 取部分A.3.2中的试样溶液，将试样溶液置于玻璃盘中，使水分挥发，形成薄膜。

A.4 甲氧基和羟丙氧基含量的测定

A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 甲苯。

A.4.1.2 邻二甲苯。

A.4.1.3 己二酸。

A.4.1.4 氢碘酸。

A.4.1.5 异丙碘。

A.4.1.6 甲基碘。

A.4.2 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.4.3 参考色谱条件

A.4.3.1 色谱柱：1.8 m×4 mm 玻璃柱，填料为 125μm~150μm 色谱纯硅质土上含 10%的甲基硅酮油，或其他等效色谱柱。

A.4.3.2 柱温：100 °C。

A.4.3.3 进样口温度：200 °C。

A.4.3.4 检测器温度：200 °C。

A.4.3.5 载气：氦气。

A.4.3.6 流速：20 mL/min。

A.4.3.7 进样量：约 2 μL。

A. 4. 3. 8 甲基碘、异丙碘、甲苯和邻二甲苯的色谱保留时间分别为 3 min, 5min, 7 min 和 13 min。

A. 4. 4 分析步骤

A. 4. 4. 1 内标溶液的制备

称取 2.5 g 甲苯, 用邻二甲苯稀释至 1000 mL。

A. 4. 4. 2 标准溶液的制备

称取 135 mg 己二酸, 置于一合适的血清瓶中, 加入 4.0 mL 氢碘酸, 再加入 4.0 mL 内标溶液, 用隔膜盖封住瓶口, 称重。通过隔膜, 注入 30 μ L 异丙碘, 再称重, 计算加入的异丙碘重量。同样的, 通过隔膜, 注入 90 μ L 甲基碘, 再称重, 计算加入的甲基碘的重量。混合均匀, 静置后分层。

A. 4. 4. 3 试样溶液的制备

称取 0.065 g 试样, 置于一个 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, 称重。将瓶摇晃 30 s, 在 150 $^{\circ}$ C 条件下加热 20 min, 然后再摇晃, 再在 150 $^{\circ}$ C 条件下加热 40 min。将瓶子冷却 45 min, 称重。如果重量损失超过 10 mg, 则弃掉, 重新制备试样溶液。

A. 4. 4. 4 测定

吸取小部分标准溶液上层液, 在 A.4.3 参考色谱条件下, 进行色谱分析, 记录色谱图, 计算等重量甲苯和甲基碘的相对响应因子 F 以及等重量甲苯与异丙碘的相对响应因子 F' 。

吸取小部分试样溶液上层液, 在 A.4.3 参考色谱条件下, 进行色谱分析, 记录色谱图, 计算试样中甲氧基 ($-\text{OCH}_3$) 含量和羟丙氧基 ($-\text{OCH}_2\text{CHOHCH}_3$) 含量。

A. 4. 5 结果计算

A. 4. 5. 1 等重量甲苯和甲基碘的相对响应因子 F , 按公式 (A.1) 计算:

$$F = \frac{Q}{A} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

Q ——标准溶液中甲基碘与甲苯的质量比;

A ——标准溶液色谱图中甲基碘与甲苯的峰面积比。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。

A. 4. 5. 2 等重量甲苯与异丙碘的相对响应因子 F' , 按公式 (A.2) 计算:

$$F' = \frac{Q'}{A'} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

Q' ——标准溶液中异丙碘与甲苯的质量比;

A' ——标准溶液色谱图中异丙碘与甲苯的峰面积比。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。

A. 4. 5. 3 试样中甲氧基 ($-\text{OCH}_3$) 含量 w_1 , 按公式 (A.3) 计算:

$$w_1 = 2 \times \frac{31}{142} \times F \times \alpha \times \frac{m_1}{m_2} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

31/142——甲氧基和甲基碘的分子量比;

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_1 ——内标溶液中甲苯的质量, 单位为克 (g);

m_2 ——试样质量，单位为克（g）。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。

A. 4. 5. 4 试样中羟丙氧基（-OCH₂CHOHCH₃）含量 w_2 ，按公式（A.4）计算：

$$w_2 = 2 \times \frac{75}{170} \times F' \times \alpha' \times \frac{m_3}{m_4} \dots\dots\dots (A.4)$$

式中：

75/170——羟丙氧基和异丙碘的分子量比；

F' ——实际测得的甲苯与异丙碘的相对响应因子；

α' ——试样溶液色谱图中异丙碘和甲苯的峰面积之比；

m_3 ——内标溶液中甲苯的质量，单位为克（g）；

m_4 ——试样质量，单位为克（g）。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。

A. 5 黏度的测定

称取适量试样，相当于 2 g 干燥后的固体试样，置于一个宽口的 250 mL 离心瓶中，加入 98 g 事先加热至 80 °C~90 °C 的水。机械搅拌 10 min，将离心瓶置于冰浴中，使溶液温度均匀，必要时，将溶液调整至 100 g。离心去除混入的空气。将试样溶液的温度调整至 20 °C±1 °C，用合适的黏度计测定。
