



中华人民共和国国家标准

GB 1886.373—2023

食品安全国家标准 食品添加剂 甲醇钠

2023-09-06 发布

2024-03-06 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

食品安全国家标准

食品添加剂 甲醇钠

1 范围

本标准适用于甲醇与金属钠或氢氧化钠反应,经纯化、去除甲醇、脱水制成的食品添加剂甲醇钠。

2 分子式和相对分子质量

2.1 分子式

CH₃ONa

2.2 相对分子质量

54.02(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	将适量样品均匀置于清洁、干燥的白瓷盘内,在自然光线下观察其色泽和状态
状态	粉末	

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
碱度, $w_1/\%$	\geq 97.0	附录 A 中 A.4
碳酸钠, $w_2/\%$	\leq 0.4	附录 A 中 A.4
氢氧化钠, $w_3/\%$	\leq 1.7	附录 A 中 A.5
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	\leq 3.0	附录 A 中 A.6
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq 2.0	附录 A 中 A.7
总汞(Hg)/(mg/kg)	\leq 1.0	附录 A 中 A.8

4 其他

甲醇钠固体易吸收空气中的水分和氧气而发生转化,需采用不透氧、不透水材料密闭包装,在通风干燥环境下贮藏。

附录 A

检验方法

A.1 安全提示

甲醇钠有强腐蚀性,粉尘吸入对呼吸道有强刺激性,经剧烈振荡有爆炸风险,直接加入强酸高温消化有爆炸风险。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。试验中所用标准溶液、试剂和制品,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.3 鉴别试验

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 氢氧化钾溶液(15 g/100 mL):称取 7.5 g 氢氧化钾,加水溶解并定容至 50 mL。

A.3.1.2 焦锑酸钾溶液:称取 2 g 焦锑酸钾溶解于 95 mL 热水中,溶解后迅速置于冰浴中冷却,加入 10 mL 氢氧化钾溶液(A.3.1.1),混匀。

A.3.1.3 硫酸溶液(1→20):吸取 5.0 mL 硫酸,缓慢注入到 80 mL 水中,冷却后定容至 100 mL。

A.3.1.4 高锰酸钾溶液(1 g/300 mL):称取 1 g 高锰酸钾,溶于 300 mL 水中。

A.3.1.5 碳酸钾溶液(15%):称取 15 g 碳酸钾,加水溶解并定容至 100 mL。

A.3.1.6 硫酸钠溶液(20%):称取 20 g 硫酸钠,加水溶解并定容至 100 mL。

A.3.1.7 铬变酸溶液:称取 0.1 g 铬变酸(精确至 0.001 g)溶解于 20 mL 蒸馏水中,如未溶解完全,过滤除去沉淀。

A.3.2 显色反应

称取 1 g 甲醇钠(精确至 0.01 g),溶于 100 mL 水中,混匀。吸取 0.05 mL,加入到 10 mL 试管中,加入 0.1 mL 硫酸溶液(A.3.1.3)和 0.2 mL 高锰酸钾溶液(A.3.1.4),静置 5 min。先加入 0.2 mL 硫酸钠溶液(A.3.1.6)和 3 mL 硫酸溶液(A.3.1.3),再加入 0.20 mL 铬变酸溶液(A.3.1.7),溶液应显紫红色到紫色。

A.3.3 钠的鉴别

称取 0.1 g 甲醇钠(精确至 0.01 g),加入 2.0 mL 水溶解,加入 2 mL 15%的碳酸钾溶液(A.3.1.5),加热至沸腾,无沉淀生成。加入 4 mL 焦锑酸钾溶液(A.3.1.2),加热至沸腾,置于冰浴中冷却,必要时用玻璃棒摩擦试管壁,应有致密的沉淀生成。

A.3.4 甲醇钠溶液的 pH

称取 1 g 甲醇钠(精确至 0.01 g),溶于 100 mL 水中,溶液呈碱性。

A.3.5 反应活性

甲醇钠易吸潮,暴露于氧气、二氧化碳、水环境中会部分转化成碳酸钠,采用 A.3.2 显色反应时颜色

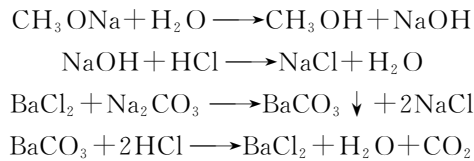
变浅。

A.4 碱度、碳酸钠的测定

A.4.1 测定原理

甲醇钠与水反应生成甲醇与氢氧化钠。甲醇钠转化生成的氢氧化钠、甲醇钠中的游离氢氧化钠共同与已知浓度的盐酸发生中和反应,根据反应消耗盐酸标准滴定溶液的体积,计算试样碱度。试样溶液中的碳酸钠与加入的 BaCl₂ 溶液发生化学反应,生成 BaCO₃ 沉淀。加入盐酸标准滴定液进行滴定,根据盐酸标准溶液消耗的体积,计算试样中碳酸钠含量。

测定原理方程式如下:



A.4.2 试剂和材料

- A.4.2.1 蒸馏水:去二氧化碳蒸馏水。
- A.4.2.2 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=1.0 \text{ mol/L}$,按照 GB/T 601 配制或购买具有证书的产品。
- A.4.2.3 氯化钡溶液:称量 3 g 氯化钡,溶解于 25 mL 水中。
- A.4.2.4 酚酞指示剂溶液:10 g/L。
- A.4.2.5 甲基橙指示剂溶液:1 g/L。

A.4.3 仪器和设备

- A.4.3.1 碘量瓶:500 mL,经干燥,备用。
- A.4.3.2 酸式滴定管:50 mL。

A.4.4 试验步骤

在 500 mL 碘量瓶中加入 200 mL 新鲜经煮沸后在冰浴中冷却至冰点的水。精确称取约 14 g 甲醇钠样品(精确至 0.000 1 g),加入到含冰水的碘量瓶中,用少量冰水润洗甲醇钠的称量容器并全部转移到碘量瓶中。塞紧碘量瓶口,振荡至样品完全溶解,放至室温并全部转移至 250 mL 容量瓶中,荡洗碘量瓶、合并溶液后混匀并定容。移取 50.0 mL 至 500 mL 带玻璃塞锥形瓶中,加入 150 mL 新鲜煮沸后放至室温的水和 5 mL 氯化钡溶液(A.4.2.3)。塞紧瓶塞,摇匀后静置 5 min。加入 3 滴酚酞指示剂溶液(A.4.2.4),用盐酸标准滴定溶液(A.4.2.2)滴定至粉红色消失。记录消耗的盐酸标准滴定溶液的体积 V_1 。在滴定结束的试样溶液中加入 2 滴甲基橙指示剂溶液,继续用盐酸标准滴定溶液至溶液由黄色变为橙色为终点,记录消耗的盐酸标准滴定溶液的体积 V_2 。

A.4.5 结果计算

A.4.5.1 碱度

碱度以质量分数 w_1 表示,按式(A.1)计算。

$$w_1 = \frac{c \times V_1 \times M_1}{1\ 000 \times m \times \frac{50}{250}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

- c —— 盐酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 V_1 —— 滴定试样所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 M_1 —— 甲醇钠的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), $[M(\text{CH}_3\text{ONa})=54.02]$;
 1 000 —— 换算因子;
 m —— 试样的质量,单位为克(g);
 50/250——250 mL 甲醇钠溶液中取 50 mL 测定的换算因子。

A.4.5.2 碳酸钠的含量

碳酸钠含量的质量分数 w_2 按式(A.2)计算。

$$w_2 = \frac{c \times V_2 \times M_2}{1\,000 \times m \times \frac{50}{250}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(\text{A.2})$$

式中：

- c —— 盐酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 V_2 —— 滴定试样所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 M_2 —— 碳酸钠的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), $[M(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{CO}_3)=53.00]$;
 1 000 —— 换算因子;
 m —— 试样的质量,单位为克(g);
 50/250——250 mL 甲醇钠溶液中取 50 mL 测定的换算因子。

A.5 氢氧化钠的测定

A.5.1 测定原理

用饱和水杨酸甲醇溶液溶解样品,试样中的氢氧化钠、碳酸钠与水杨酸发生中和反应生成水。利用已知滴定度的卡尔·费休试剂与水进行定量反应,根据消耗卡尔·费休试剂的体积计算试样中氢氧化钠、碳酸钠总含量(以氢氧化钠计),再根据式(A.4)计算得到试样中氢氧化钠含量。

A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 无水甲醇:水含量不大于 0.05%。

A.5.2.2 饱和水杨酸甲醇溶液:将水杨酸加入到 50 mL 甲醇中不断搅拌溶解,至有沉淀不再溶解后,过滤。

A.5.2.3 卡尔·费休试剂(容量法)。

A.5.3 仪器和设备

A.5.3.1 电子天平:感量 0.000 1 g。

A.5.3.2 卡尔·费休水分测定仪(容量法)。

A.5.4 试验步骤

A.5.4.1 卡尔·费休试剂的标定

在反应瓶中加一定体积(浸没铂电极)的无水甲醇,在搅拌条件下用卡尔·费休试剂滴定至终点。加入约 10 mg 水(精确至 0.000 1 g),滴定至终点并记录消耗的卡尔·费休试剂的体积 V_3 。卡尔·费休

试剂的滴定度 T ,按式(A.3)计算。

$$T = \frac{m}{V_3} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

T ——卡尔·费休试剂的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m ——水的质量,单位为毫克(mg);

V_3 ——滴定水消耗的卡尔·费休试剂的用量,单位为毫升(mL)。

A.5.4.2 试样溶液的制备及测定

迅速、准确地用 10 mL 容量瓶称取约 0.5 g(精确至 0.000 1 g)甲醇钠样品,立即用饱和水杨酸甲醇溶液溶解,混匀后定容,盖紧盖子,以防吸收空气中的水分。测试时取下盖子,将溶液全部加入到已滴定至平衡的卡尔·费休滴定杯中,进行滴定,记录滴定体积 V_4 。

量取 10 mL 饱和水杨酸溶液,除不称取样品外,按照上述方法进行空白对照试验,记录消耗卡尔·费休试剂的体积 V_5 。

A.5.5 结果计算

氢氧化钠含量的质量分数 w_3 按式(A.4)计算。

$$w_3 = \frac{(V_4 - V_5) \times T \times 2.222}{m \times 1\,000} \times 100\% - (w_2 \times 0.377) \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

V_4 ——滴定试样所消耗卡尔·费休试剂的体积,单位为毫升(mL);

V_5 ——滴定空白所消耗卡尔·费休试剂的体积,单位为毫升(mL);

T ——卡尔·费休试剂的滴定度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

2.222 ——1 mol 氢氧化钠与 1 mol 水的质量比;

m ——试样的质量,单位为克(g);

1 000 ——换算因子;

w_2 ——碳酸钠含量的质量分数, %;

0.377 ——1 mol 碳酸钠与 1 mol 氢氧化钠的质量比。

A.6 总砷(以 As 计)的测定

A.6.1 试剂和材料

A.6.1.1 盐酸溶液:1+4。

A.6.1.2 其他试剂同 GB 5009.76“氢化物原子荧光光度法”。

A.6.2 仪器和设备

同 GB 5009.76 中“氢化物原子荧光光度法”。

A.6.3 试验步骤

称取 1 g 试样(精确至 0.000 1 g),缓慢加入到 10 mL 水中,加入盐酸溶液(A.6.1.1)调节 pH 至 4~6,加热煮沸 5 min,再用水定容至 25 mL,此试液为供试液 A,以下按 GB 5009.76 氢化物原子荧光光度法测定。

A.7 铅(Pb)的测定

A.7.1 试剂和材料

同 GB 5009.75 中“石墨炉原子吸收光谱法”。

A.7.2 仪器和设备

同 GB 5009.75 中“石墨炉原子吸收光谱法”。

A.7.3 试验步骤

取试液 A(同 A.6.3 配制溶液)10 mL,用硝酸溶液(1 mol/L)定容至 100 mL,以下按 GB 5009.75 中“石墨炉原子吸收光谱法”测定。

A.8 总汞(Hg)的测定

A.8.1 试剂和材料

同 GB 5009.17 中“原子荧光光谱法”。

A.8.2 仪器和设备

同 GB 5009.17 中“原子荧光光谱法”。

A.8.3 试验步骤

取试液 A(同 A.6.3 配制溶液),以下按 GB 5009.17 中“原子荧光光谱法”测定。
