《食用盐中阿拉伯胶的测定》

编制说明（征求意见稿）

# 工作简况

## 1任务来源

本项目根据工业和信息化部《2022年第二批行业标准制修订和外文版项目计划》（工信厅科函〔2022〕158号）要求，计划号[2022-1052T-QB](http://219.239.107.155:8080/TaskBook.aspx?id=QBCPZT13112017)，项目名称“食用盐中阿拉伯胶的测定”进行标准制定。主要起草单位：天津科技大学、国家盐产品质量监督检验中心、广东省广盐集团股份有限公司等，计划完成时间2024年7月。

## 2主要起草过程

### 2.1前期组织及调研工作

标准起草任务下达后，起草单位迅速成立了标准起草工作组。工作组成立后，各起草单位成员通过查阅大量科技文献和标准资料，并与部分盐化工生产企业进行技术交流，对食用盐中阿拉伯胶的原料、生产工艺、产品的质量指标要求、储藏存储条件等情况进行了充分调研。

### 2.2标准草案的建立

通过对收集材料的归纳总结，标准起草工作组形成了标准草案。标准草案建立后，天津科技大学化工与材料学院、国家盐产品质量监督检验中心等通过大量实验，对标准中试验方法部分进行了验证。通过验证试验方法的检出限、定量限、范围、正确度（回收率）和重复性精密度等参数，确定了检测方法的可行性。

3主要参加单位等

本标准由天津科技大学、江苏苏盐井神股份有限公司、国盐检测（天津）有限责任公司、天津长芦汉沽盐场有限责任公司等共同起草。

# 标准编制原则和主要内容



## 1标准编制原则

本标准在编写结构和内容编排等方面依据“标准化工作导则、指南和编写规则”系列标准的要求，进行了编写。本标准立足于盐业的需要，建立了适用于食用盐中阿拉伯胶的检测方法，有利于食用盐产品质量监督、检测工作的顺利开展。

## 2标准的主要论据

本标准规定了食用盐中阿拉伯胶的测定方法——分光光度法。

本标准适用于食用盐中阿拉伯胶的测定。

本标准对试验方法的原理、试剂或材料、仪器设备、分析步骤、结果计算、精密度等做出了明确规定。具体论据见“三、主要试验（或验证）情况”。

## 3解决的主要问题

阿拉伯胶作为食品添加剂，一可以使食用盐晶体生产的球形食用盐产品具有优异的抗固结性能，起到了防止食盐结块的作用；二可以改变食用盐的形貌，降低食用盐的堆密度，在食盐质量更少的情况下，与未使用阿拉伯胶的普通食用盐保持完全一致的口感，从而实现降低食用盐摄入量的目的，为国家重大战略需求“2030中国健康行动计划—减盐行动”实施提供有力保障。GB 2760-2014《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》中明确规定，盐及盐代制品中可以添加阿拉伯胶作为食品添加剂。然而由于目前没有适用的检验方法，生产企业无法对产品中阿拉伯胶的含量和均匀性进行质控活动，市场监督部门无法对产品质量实施有效监管，存在很大的安全隐患。本标准将解决食用盐缺少阿拉伯胶测定方法的问题，为生产企业和市场监管部门开展食用盐中阿拉伯胶含量的检测活动提供检测方法依据，保障食盐安全。

# 主要试验（或验证）情况

## 1 测定波长的选择

准确称取阿拉伯胶 0.2500 g置于锥形瓶中，加 50 mL 水和 15 mL 浓盐酸，于沸水浴中水解回流 3 h，冷却至室温后，转移至 1000 mL容量瓶中，加水稀释至标线，混匀，制成阿拉伯胶储备液。取该溶液 3.0 mL 于试管中，加入 1.0 mL 5%苯酚溶液，混匀，快速加入 5.0 mL 浓硫酸，静置反应 10 min，涡旋振荡，30 ℃水浴 20 min，取出，冷却至室温。用 1 cm 比色皿在可见光区进行扫描，用水作参比，扫描波长见图 1，最终确定最大吸收波长为483 nm。

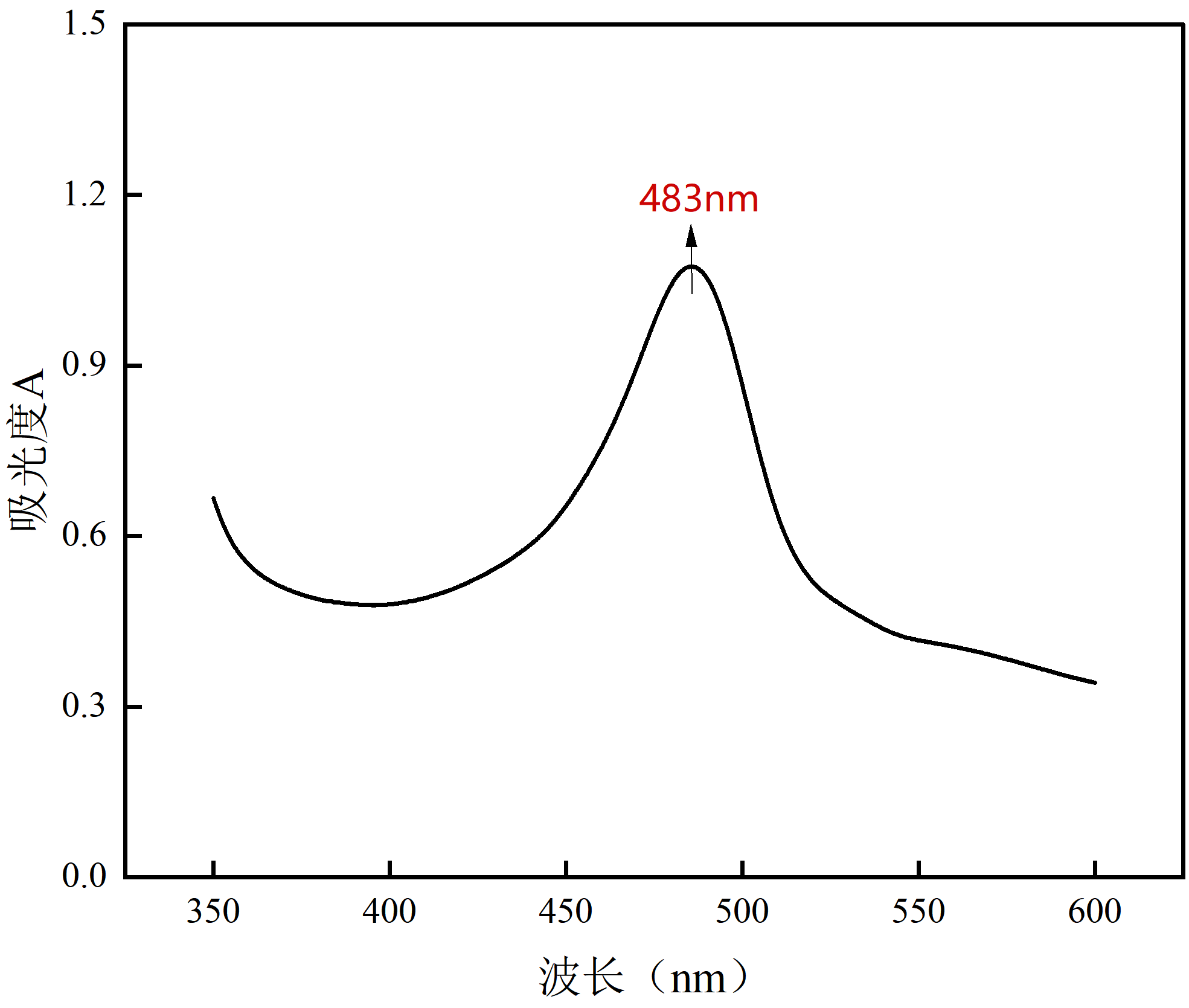


图 1 阿拉伯胶标准溶液的扫描波长

## 2 校正与线性

分别吸取阿拉伯胶储备液 8.0 mL、20.0 mL、32.0 mL、40.0 mL、60.0 mL、80.0 mL于小烧杯中，各自加入1.0000g 氯化钠，溶解后转移至100 mL容量瓶中，加水至标线，混匀，得到浓度分别为0.02 g/L、0.05 g/L、0.08 g/L、0.10 g/L、0.15 g/L、0.20 g/L的阿拉伯胶标准工作液。分别吸取3.0 mL阿拉伯胶标准工作液于试管中，加入 1.0 mL 5% 的苯酚溶液，混匀，然后快速加入 5.0 mL 浓硫酸，静置反应10 min，涡旋振荡，将试管置于30℃水浴中反应 20 min后取出，冷却至室温。在483 nm波长测定其吸光度值。

按上述操作运行3次，实验数据如表1所示。

表1 校正与线性数据表

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 阿拉伯胶浓度（g/L) | 0.02 | 0.05 | 0.08 | 0.10 | 0.15 | 0.20 |
| 吸光度A1 | 0.214 | 0.433 | 0.592 | 0.734 | 0.98 | 1.245 |
| 吸光度A2 | 0.226 | 0.428 | 0.588 | 0.737 | 0.963 | 1.193 |
| 吸光度A3 | 0.221 | 0.443 | 0.599 | 0.738 | 0.985 | 1.249 |

以阿拉伯胶浓度为横坐标，对应吸光度为纵坐标绘制曲线如图2：



图2 校正与线性曲线

回归方程为：y= 5.33073x + 0.15609，式中x为被测样品中阿拉伯胶的浓度；y为吸光度，相关系数为R2=0.994。

由上述试验结果可以看出阿拉伯胶浓度与吸光度之间有着良好的线性关系。

## 3 检出限和定量限

以吸光度为0.01时相应的浓度作为检出限，本方法对检测试液的检出限为1 mg/L。按照标准文本规定的方法进行检测，当取样量为20 g，移取30mL试样溶液于比色管中时，检出限为0.005 g/kg。经过大量试验数据，本方法对定量下限为0.05 g/kg。

## 4 正确度

在目前情况下，无法获得食用盐中阿拉伯胶的有证标准样品和控制样品，所以本方法采用从某盐厂获得的原盐作为基质样品，以本方法的定量限0.05 g/kg为基础，分别添加1.0、2.0、3.0倍定限量含量的阿拉伯胶来验证方法的回收率，以此来考察方法的正确度。因为称样量为0.5 mg，所以分别向0.5 mg样品中添加25 ug、50 ug和75 ug的阿拉伯胶，按照标准文本规定的检测方法进行检测。

### 4.1 空白试验

未称取试样，按照标准文本规定的检测方法进行检测，数据如表2所示。

表2 空白实验数据表

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 编号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 平均值 |
| 阿拉伯胶(mg) | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |

由上述试验数据可知，测量过程中的试剂的加入未对试验结果产生影响。

### 4.2 1.0倍定限量正确度测定

添加1倍定限量，即0.5 mg试样中添加阿拉伯胶25 ug，按照方法测得的数据如表3所示。

表3 1.0倍定限量阿拉伯胶回收率数据表

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 编号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 平均值 |
| 阿拉伯胶 (ug) | 23.35 | 24.33 | 23.71 | 23.00 | 23.44 | 24.42 | 23.71 |
| 回收率 | 93.41% | 97.31% | 94.83% | 92.00% | 93.77% | 97.67% | 94.83% |

由上述试验数据计算得到平均回收率为94.83%，6个测试结果的变异系数CV=2.37%。

### 4.3 2.0倍定限量正确度测定

添加2.0倍定限量，即0.5 mg试样中添加阿拉伯胶50 ug，按照方法测得的数据如表4所示。

表4 2倍定限量阿拉伯胶回收率数据表

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 编号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 平均值 |
| 阿拉伯胶 (ug) | 49.66 | 49.48 | 49.39 | 49.22 | 49.04 | 49.75 | 49.42 |
| 回收率 | 99.32% | 98.97% | 98.79% | 98.43% | 98.08% | 99.05% | 98.84% |

由上述试验数据计算得到平均回收率为98.78%，6个测试结果的变异系数CV=0.54%。

### 4.4 3.0倍定限量正确度测定

添加3.0倍定限量，即0.5 mg试样中添加阿拉伯胶75ug，按照方法测得的数据如表5所示。

表5 3.0倍定限量阿拉伯胶回收率数据表

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 编号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 平均值 |
| 阿拉伯胶 (ug) | 72.69 | 72.60 | 74.02 | 73.75 | 69.68 | 70.83 | 72.26 |
| 回收率 | 92.64% | 96.75% | 99.41% | 96.03% | 96.19% | 94.50% | 96.34% |

由上述试验数据计算得到平均回收率为95.98%，6个测试结果的变异系数CV=2.34%。

整理实验结果如表6所示。

表6 重复测试结果的变异系数表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 添加水平 | 标准加入值(ug) | 实测平均值(ug) | 平均回收率% | 6个测试结果的变异系数CV |
| 1.0倍限量 | 25 | 23.71 | 94.83% | 2.37% |
| 2.0倍限量 | 50 | 49.42 | 98.78% | 0.54% |
| 3.0倍限量 | 75 | 96.34 | 95.98% | 2.34% |
| 可接受值 | —— | —— | 90-108 | —— |

表7 重复测试结果的回收标准

| 分析物在样品中的浓度 | 回收率范围 |
| --- | --- |
| 100% | 98-101% |
| 10% | 95-102% |
| 1% | 92-105% |
| 0.1% | 90-108% |
| 0.01% | 85-110% |
| 10 μg/g (ppm) | 80-115% |
| 1 μg/g | 75-120% |
| 10 μg/kg (ppb) | 70-125% |

通过表6和表7可以看出，该方法的回收率满足可接受的回收率范围。

## 5 重复性精密度

以从某盐厂获得的原盐作为基质样品，分别添加1.0、2.0、3.0倍定限量含量的阿拉伯胶，最终检测试样中的阿拉伯胶质量为25 ug、50 ug、75 ug。按照方法要求进行试验：

### 5.1 1.0倍定量限重复性精密度

添加1.0倍定量限（0.5 mg检测试样中阿拉伯胶质量25 ug），按照方法要求进行试验，得到数据如表8、表9所示。

表8 1.0倍定限量阿拉伯胶精密度数据表(第一组)

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 编号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 平均值 |
| 阿拉伯胶 (ug) | 23.35 | 24.33 | 23.71 | 23.00 | 23.44 | 24.42 | 23.71 |
| 回收率 | 93.41% | 97.31% | 94.83% | 92.00% | 93.77% | 97.67% | 94.83% |

由表8编号1～6数据计算得出样品含量平均值为23.71 ug，标准偏差为0.56，相对标准偏差为2.37%。

表9 1.0倍定限量阿拉伯胶精密度数据表(第二组)

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 编号 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 平均值 |
| 阿拉伯胶 (ug) | 24.24 | 23.26 | 23.09 | 24.50 | 24.24 | 24.15 | 23.91 |
| 回收率 | 96.96% | 93.06% | 92.35% | 98.02% | 96.96% | 96.60% | 95.66% |

由表9编号7～12数据计算得出样品含量平均值为23.91 ug，标准偏差为0.59，相对标准偏差为2.45%。

综合表8和表9中编号1～12数据计算得出样品含量平均值为23.81 ug，标准偏差为0.56，相对标准偏差为2.35%。

### 5.2 2.0倍定量限重复性精密度

添加2.0倍定量限（5 mg检测试样中阿拉伯胶质量50 ug），按照方法要求进行试验，得到数据如表10、表11所示。

表10 2.0倍定限量阿拉伯胶精密度数据表(第一组)

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 编号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 平均值 |
| 阿拉伯胶 (ug) | 49.66 | 49.48 | 49.39 | 49.22 | 49.04 | 49.75 | 49.42 |
| 回收率 | 99.32% | 98.97% | 98.79% | 98.43% | 98.08% | 99.05% | 98.84% |

由表10编号1～6数据计算得出样品含量平均值为49.42 ug，标准偏差为0.26，相对标准偏差为0.56%。

表11 2.0倍定限量阿拉伯胶精密度数据表(第二组)

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 编号 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 平均值 |
| 阿拉伯胶 (ug) | 49.57 | 48.15 | 47.45 | 47.89 | 48.07 | 48.24 | 48.22 |
| 回收率 | 99.14% | 96.31% | 94.89% | 95.78% | 96.13% | 96.49% | 96.45% |

由表11编号7～12数据计算得出样品含量平均值为48.22 ug，标准偏差为0.71，相对标准偏差为1.48%。

综合表10和表11中编号1～12数据计算得出样品含量平均值为48.83 ug，标准偏差为0.81，相对标准偏差为1.66%。

### 5.3 3.0倍定量限重复性精密度

添加3.0倍定量限（5 mg检测试样中阿拉伯胶质量75 ug），按照方法要求进行试验，得到数据如表12、表13所示。

表12 3.0倍定限量阿拉伯胶精密度数据表(第一组)

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 编号 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 平均值 |
| 阿拉伯胶 (ug) | 72.69 | 72.60 | 74.02 | 73.75 | 69.68 | 70.83 | 72.26 |
| 回收率 | 92.64% | 96.75% | 99.41% | 96.03% | 96.19% | 94.50% | 96.34% |

由表12编号1～6数据计算得出样品含量平均值为72.26 ug，标准偏差为1.69，相对标准偏差为2.34%。

表13 3.0倍定限量阿拉伯胶精密度数据表(第二组)

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 编号 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 | 平均值 |
| 阿拉伯胶 (ug) | 70.74 | 70.83 | 69.77 | 73.93 | 70.74 | 72.78 | 71.46 |
| 回收率 | 92.64% | 96.75% | 99.41% | 96.03% | 96.19% | 94.50% | 95.28% |

由表13编号7～12数据计算得出样品含量平均值为71.46 ug，标准偏差为1.60，相对标准偏差为2.18%。

综合表12和表13中编号1～12数据计算得出样品含量平均值为71.86 ug，标准偏差为1.61，相对标准偏差为2.23%。

整理试验数据如表14所示。

表14 重复性精密度的相对标准偏差

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 添加水平 | 含量平均值(ug) | 标准偏差 | 相对标准偏差RSDr(%) |
| 1.0倍定限量 | 23.81 | 0.56 | 2.35 |
| 2.0倍定限量 | 48.83 | 0.81 | 1.66 |
| 3.0倍定限量 | 71.86 | 1.61 | 2.23 |
| 可接受值 | —— | —— | 3 |

表15 重复性精密度容许范围参考标准

| 分析物在样品中的浓度 | 重复性精密度(RSDr) |
| --- | --- |
| 100% | 1% |
| 10% | 1.5% |
| 1% | 2% |
| 0.1% | 3% |
| 0.01% | 4% |
| 10 μg/g (ppm) | 6% |
| 1 μg/g | 8% |
| 10 μg/kg (ppb) | 15% |

通过表14与表15我们可以看出，该实验方法可以满足关于重复性精密度的要求。



# 标准中涉及专利情况

目前没有相关国际专利和国家专利，故本标准中不涉及专利问题。

# 预期达到的社会效益、对产业发展的作用等情况

阿拉伯胶是食用盐中使用的一种重要的添加剂，在部分生产企业中有一定应用。然而由于缺少适宜的检测方法标准，生产企业无法实施有效的质量监控活动，这不仅给生产厂家带来了诸多不便，也产生了很多不必要的分歧和纠纷，不利于行业发展。同时，由于缺少可以依据的检测方法标准，市场监督部门无法对食盐质量实施有效监管，存在极大的安全隐患，可能对人们的身体健康产生危害。

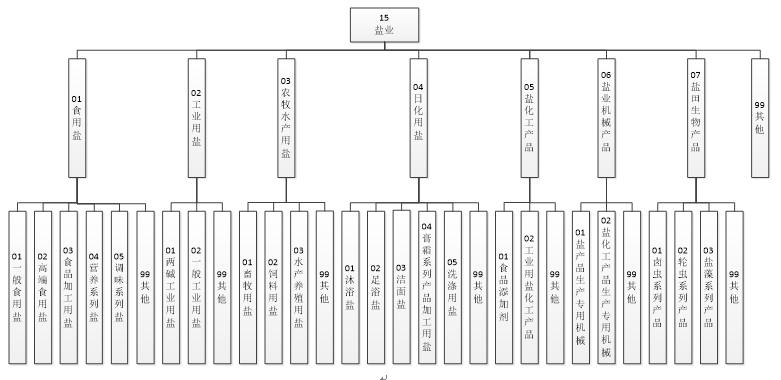
本标准的制定解决了这一问题，本标准规定了适宜的检测方法，为各个环节开展质量控制活动提供依据，便于市场监管部门实施监督管理，保障食盐安全。

# 与国际、国外对比情况

本标准制定过程中未查到同类国际、国外标准，没有采用国际标准或国外先进标准。本标准水平为国内领先水平。

# 与现行标准的协调性

本专业领域的标准体系框架如下图：



本标准属于盐业标准体系“01食用盐”大类，“99其他”中类，为盐业标准体系中的方法标准，体系编号为：“152950000100000010FF”。

本标准与现行相关法律、法规、规章及相关标准协调一致。

# 重大分歧意见的处理过程

无。

# 标准性质的建议说明

建议本标准的性质为推荐性行业标准。

# 贯彻标准的要求和措施建议

建议本标准批准发布6 个月后实施。

# 废止现行相关标准的建议

无。

# 其他应予说明的事项

无。

《食用盐中阿拉伯胶的测定》标准起草工作组

2024年4月11日