

中华人民共和国国家标准

GB 31630—2014

食品安全国家标准 食品添加剂 聚乙烯醇

2014-12-24 发布

2015-05-24 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

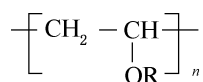
食品安全国家标准

食品添加剂 聚乙烯醇

1 范围

本标准适用于乙烯法和乙炔法制得的食物添加剂聚乙烯醇。

2 分子式



3 技术要求

3.1 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	透明、白色或淡黄色	取适量试样置于 50 mL 烧杯中，在自然光下观察色泽和状态
状态	粒状粉末	

3.2 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
干燥减量(ω)/%	\leq 5.0	附录 A 中 A.4
灼烧残渣(ω)/%	\leq 1.0	A.5
水不溶物(ω)/%	\leq 0.1	A.6
粒度(通过 0.150 mm 试验筛, ω)/%	\geq 99.0	A.7
甲醇和乙酸甲酯(ω)/%	\leq 1.0	A.8
酸值(以 KOH 计)/(mg/g)	\leq 3.0	A.9
酯化值(以 KOH 计)/(mg/g)	125~153	A.10
水解度(ω)/%	86.5~89.0	A.10
黏度(4%溶液, 20 °C)/(mPa·s)	4.8~5.8	A.11
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq 2	GB 5009.12

附 录 A

检验方法

A.1 警示

本标准的检验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时应采取适当的安全和防护措施。

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 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、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 规定制备。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 pH

称取 1 g 试样,按照 GB/T 12010.4—2010 中规定测定 pH,应为 5.0~6.5。

A.3.2 红外光谱

以溴化钾作为分散剂的试样的红外光谱图应与图 B.1 一致。

A.3.3 显色反应 A

A.3.3.1 试剂和材料

A.3.3.1.1 碘溶液:在 100 mL 水中溶解 14 g 碘和 36 g 碘化钾,加 3 滴盐酸,用水稀释至 1 000 mL,摇匀。

A.3.3.1.2 硼酸溶液:在 25 mL 水中溶解 1 g 硼酸,摇匀。

A.3.3.2 鉴别方法

称取约 0.01 g 试样,置于盛有 100 mL 水的烧杯中,适当加热使试样溶解,冷却至室温,取 5 mL 试样溶液,滴加 1 滴碘溶液,滴加数滴硼酸溶液。试样溶液应呈现蓝色。

A.3.4 显色反应 B

称取约 0.5 g 试样,置于盛有 10 mL 水的烧杯中,适当加热使试样溶解,冷却至室温,取 5 mL 试样溶液,滴加 1 滴碘溶液,放置。试样溶液应呈深红色至蓝色。

A.3.5 沉淀反应

取 5 mL 显色反应 B 中制备的试样溶液,加入 10 mL 乙醇,应产生浑浊或絮状沉淀。

A.4 干燥减量的测定

A.4.1 仪器和设备

A.4.1.1 称量瓶: $\phi 60 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$ 。

A.4.1.2 电热恒温干燥箱: $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

A.4.2 分析步骤

使用已于 $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定的称量瓶称取约 5 g 试样, 精确至 0.000 2 g, 于 $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 下干燥 3 h。在干燥器中放置至室温后称量。

A.4.3 结果计算

干燥减量的质量分数 w_1 按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

m_1 ——干燥前试样和称量瓶质量, 单位为克(g);

m_2 ——干燥后试样和称量瓶质量, 单位为克(g);

m ——试样的质量, 单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值与算术平均值之比不大于 2%。

A.5 灼烧残渣的测定

A.5.1 仪器和设备

A.5.1.1 瓷坩埚: 100 mL。

A.5.1.2 高温炉: $800 \text{ }^\circ\text{C} \pm 25 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

A.5.2 分析步骤

称取约 2 g 试样, 精确至 0.000 2 g, 置于已在 $800 \text{ }^\circ\text{C} \pm 25 \text{ }^\circ\text{C}$ 下质量恒定的瓷坩埚中, 置于电热板上缓慢加热, 直到样品干燥并完全炭化, 再移入 $800 \text{ }^\circ\text{C} \pm 25 \text{ }^\circ\text{C}$ 的高温炉中灼烧至质量恒定。

A.5.3 结果计算

灼烧残渣的质量分数 w_2 按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

m_1 ——残渣和瓷坩埚的质量, 单位为克(g);

m_2 ——瓷坩埚的质量, 单位为克(g);

m ——试样的质量, 单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

A.6 水不溶物的测定

A.6.1 仪器和设备

A.6.1.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径约为 100 μm~160 μm。

A.6.1.2 电热恒温干燥箱:105 °C±2 °C。

A.6.2 分析步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于 500 mL 烧杯中,加入 100 mL 刚加热至沸的水,使之溶解。搅拌并冷却 1 h。用已于 105 °C±2 °C 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,用热水洗涤 3 次~5 次。将玻璃砂坩埚移入电热恒温干燥箱中,在 105 °C±2 °C 下干燥至质量恒定。

A.6.3 结果计算

水不溶物含量的质量分数 w_3 按式(A.3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

m_1 ——玻璃砂坩埚和水不溶物的质量,单位为克(g);

m_2 ——玻璃砂坩埚的质量,单位为克(g);

m ——试样质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.05%。

A.7 粒度(通过 0.150 mm 试验筛)的测定

A.7.1 仪器和设备

A.7.1.1 试验筛:φ200 mm×50 mm—0.150/0.1 GB/T 6003.1—2012,带有筛盖和筛底。

A.7.1.2 电动振筛机:振动频率为 100 次/min~300 次/min,振幅 1 mm~6 mm。

A.7.2 分析步骤

将清洁、干燥的 0.150 mm 试验筛置于试验筛底盘上,一起装在电动振荡机上。称取约 100 g 试样,精确至 0.1 g,置于筛上,加筛盖。开动电动振荡器,振幅为 2 mm,频率为 150 次/min,振动 30 min±10 s,停止振荡后取下筛子和底盘,称取试验筛下的试样质量。也可以采用手动法进行测定。

A.7.3 结果计算

粒度(通过 0.150 mm 试验筛)的质量分数 w_4 按式(A.4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

m_1 ——筛下物的质量,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差

值不大于 0.05%。

A.8 甲醇和乙酸甲酯的测定

A.8.1 试剂和材料

A.8.1.1 丙酮。

A.8.1.2 甲醇溶液:1.2%(体积分数)。

A.8.1.3 乙酸甲酯溶液:1.2%(体积分数)。

A.8.2 仪器和设备

A.8.2.1 具塞瓶:100 mL。

A.8.2.2 水浴。

A.8.2.3 气相色谱仪。

A.8.3 参考色谱条件

A.8.3.1 色谱检测器:氢火焰离子化检测器。

A.8.3.2 色谱柱:RSD<3%。

A.8.3.3 色谱柱温度:160℃。

A.8.3.4 进样口温度:160℃。

A.8.3.5 检测温度:160℃。

A.8.3.6 载气:高纯氮。

A.8.3.7 流速:30 mL/min。

A.8.3.8 进样量:0.4 μL。

A.8.4 分析步骤

A.8.4.1 标准溶液:分别移取 2.00 mL 的甲醇溶液和乙酸甲酯溶液,置于具塞瓶中,加入 30 μL 丙酮和 98 mL 水。盖紧瓶塞,置于沸水浴中,不断振摇,直至溶液清澈后拿出冷却至室温。

A.8.4.2 试样溶液:称取 2.0 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于具塞瓶中,加入 30 μL 丙酮和 98 mL 水。盖紧瓶塞,置于沸水浴中,不断振摇,直至溶液清澈后取出冷却至室温。

A.8.4.3 测定:按照进样量分别将标准溶液和试样溶液进样,记录峰面积。

A.8.5 结果计算

甲醇或乙酸甲酯含量的质量分数 w_5 按式 (A.5) 计算:

$$w_5 = \frac{A}{A_a} \times \frac{A_0}{A_{a_0}} \times \frac{0.024}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.5)$$

式中:

A ——试样溶液测试中甲醇或乙酸甲酯的响应峰的峰面积;

A_0 ——标准溶液测试中甲醇或乙酸甲酯的响应峰的峰面积;

0.024 ——标准滴定溶液中丙酮的质量,单位为克(g);

A_a ——试样溶液测试中丙酮的响应峰的峰面积;

A_{a_0} ——标准溶液测试中丙酮的响应峰的峰面积;

m ——试样的质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差

值不大于 0.05 %。

A.9 酸值(以 KOH 计)的测定

A.9.1 试剂和材料

A.9.1.1 无二氧化碳的水。

A.9.1.2 酚酞指示液(10 g/L):使用期为 2 周。

A.9.1.3 氢氧化钾标准滴定溶液: $c(\text{KOH}) = 0.05 \text{ mol/L}$ 。

A.9.1.3.1 配制:称取 120 g 氢氧化钾,溶于 100 mL 无二氧化碳的水中,摇匀,注入聚乙烯容器中,密闭放置至溶液清亮,用塑料管量 2.7 mL 上层清液,用无二氧化碳的水稀释至 1 000 mL。

A.9.1.3.2 标定:称取 0.36 g 于 105 °C~110 °C 干燥至质量恒定的工作基准试剂邻苯二甲酸氢钾,精确至 0.000 2 g,加 50 mL 无二氧化碳的水溶解,加 2 滴酚酞指示液(10 g/L),用配制好的氢氧化钾溶液滴定至溶液呈粉红色,并保持 30 s,同时做空白试验。

A.9.1.3.3 计算:氢氧化钾标准滴定溶液的浓度 $[c(\text{KOH})]$ 以摩尔每升(mol/L)计,按式(A.6)计算:

$$c(\text{KOH}) = \frac{m \times 1\,000}{M \times (V_1 - V_2)} \quad \dots\dots\dots (\text{A.6})$$

式中:

m ——称取的基准邻苯二甲酸氢钾质量,单位为克(g);

1 000 ——换算因子;

M ——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4) = 204.2$];

V_1 ——滴定所消耗的氢氧化钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验所消耗的的氢氧化钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

A.9.2 仪器和设备

A.9.2.1 圆底烧瓶:500 mL。

A.9.2.2 球形冷凝管。

A.9.2.3 水浴恒温磁力搅拌器。

A.9.3 分析步骤

于圆底烧瓶中加入 200 mL 无二氧化碳的水和电磁搅拌子,安装上球形冷凝管后置于沸水浴中加热。

称取 10.0 g 试样,精确至 0.001 g,置入烧瓶中,持续于沸水浴中加热并搅拌 30 min。将圆底烧瓶及冷凝管一起取出后持续搅拌冷却至室温,将溶液移入 250 mL 容量瓶中,用无二氧化碳的水稀释至刻度并摇匀,移取 50 mL 该溶液置于 250 mL 锥形瓶中,滴加 2 滴酚酞指示液(10 g/L),用氢氧化钾标准滴定溶液滴至粉色并保持 15 s 不褪色。

A.9.4 结果计算

酸值[以氢氧化钾(KOH)计]的质量分数 ω_6 以毫克每克(mg/g)计,按式(A.7)计算:

$$\omega_6 = \frac{V \times c \times M \times 250}{m \times 50} \quad \dots\dots\dots (\text{A.7})$$

式中:

V ——滴定试样溶液消耗的氢氧化钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钾标准滴定溶液准确浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氢氧化钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{KOH})=56.10$];

250 ——容量瓶容积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g);

50 ——移取试样溶液的体积,单位为毫升(mL)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.3 %。

A.10 酯化值(以 KOH 计)和水解度(以 KOH 计)的测定

A.10.1 试剂和材料

A.10.1.1 氢氧化钾乙醇溶液:称取 35 g 氢氧化钾,溶于 20 mL 无二氧化碳的水中。用无醛的乙醇稀释至 1 000 mL。放置 24 h 取上层清液使用。

A.10.1.2 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.5 \text{ mol/L}$ 。

A.10.1.3 酚酞指示液(10 g/L):使用期为 2 周。

A.10.2 仪器和设备

A.10.2.1 圆底烧瓶:250 mL。

A.10.2.2 球形冷凝管。

A.10.2.3 沸水浴。

A.10.2.4 玻璃珠。

A.10.3 分析步骤

精确称取 $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,置于圆底烧瓶中,移取 25 mL 氢氧化钾乙醇溶液和 25 mL 水,5 粒~7 粒玻璃珠,将圆底烧瓶连接上球形冷凝器后于沸水浴中加热、回流 30 min,冷却后,取下球形冷凝管后加入 2 滴酚酞指示液(10 g/L),立即用盐酸标准滴定溶液滴定至粉红色褪去即为终点。

同时进行空白试验。空白试验除不加试样外,其他操作及加入试剂的种类和量(标准滴定溶液除外)与测定试验相同。

A.10.4 结果计算

皂化值[以氢氧化钾(KOH)计]的质量分数 w_7 以毫克每克(mg/g)计,按式(A.8)计算:

$$w_7 = \frac{(V_0 - V) c \times M}{m} \dots\dots\dots (A.8)$$

式中:

V_0 ——滴定空白溶液消耗的盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V ——滴定试样溶液消耗的盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——盐酸标准滴定溶液准确浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氢氧化钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{KOH})=56.10$];

m ——试样的质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.3 %。

酯化值[以氢氧化钾(KOH)计]的质量分数 w_8 以毫克每克(mg/g)计,按式(A.9)计算:

$$w_8 = w_7 - w_6 \dots\dots\dots (A.9)$$

式中:

w_7 ——按照式(A.8)计算所得皂化值,单位为毫克每克(mg/g);

w_6 ——按照式(A.7)计算所得酸值,单位为毫克每克(mg/g)。

水解度的质量分数 w_9 按式(A.10)计算:

$$w_9 = 100\% - \left(7.84 \times \frac{w_{db}}{100\% - 0.075 \times w_{db}} \right) \dots\dots\dots (A.10)$$

式中:

7.84 ——换算因子;

w_{db} ——按照式(A.11)计算所得皂化值(以干基计),单位为毫克每克(mg/g);

0.075——换算因子。

皂化值(以干基计)[以氢氧化钾(KOH)计]的质量分数 w_{db} 以毫克每克(mg/g)计,按式(A.11)计算:

$$w_{db} = \frac{w_7}{100\% - w_1} \dots\dots\dots (A.11)$$

式中:

w_7 ——按照式(A.8)计算所得皂化值,单位为毫克每克(mg/g);

w_1 ——按照式(A.1)计算所得干燥减量, %。

A.11 黏度(4%溶液, 20 °C)的测定

A.11.1 试剂和材料

标准黏度液:选用运动黏度为 5 mm²/s。

A.11.2 仪器和设备

A.11.2.1 烧瓶:圆底,250 mL。

A.11.2.2 玻璃砂坩埚:滤板孔径约为 100 μm~160 μm。

A.11.2.3 搅拌器。

A.11.2.4 恒温水浴:温度波动范围小于 0.5 °C。

A.11.2.5 温度计:分度值 0.1 °C。

A.11.2.6 黏度计:奥氏毛细管黏度计,见图 A.1。

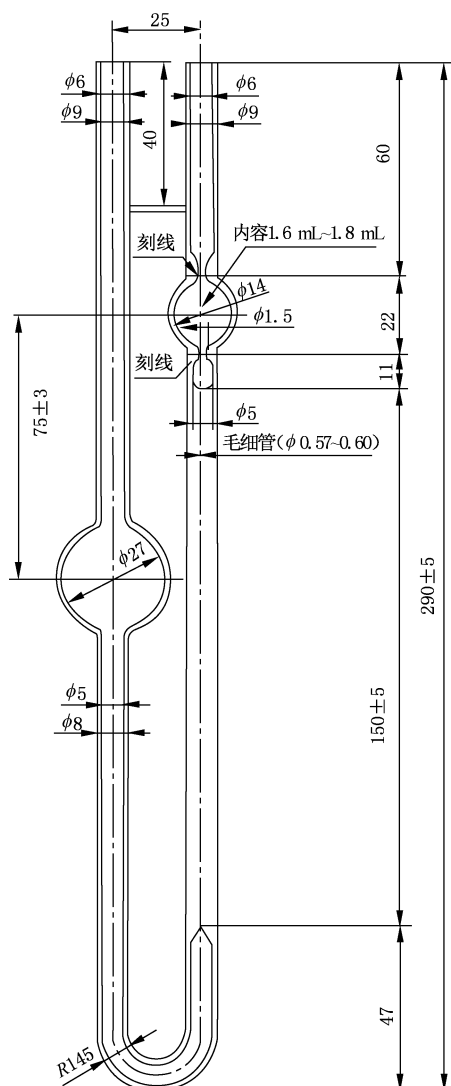


图 A.1 奥氏毛细管黏度计

A.11.2.7 秒表:精度 0.2 s。

A.11.3 分析步骤

称取折算为以干基计的 6.00 g 未经干燥过的试样,精确至 0.001 g。在烧瓶中加入约 140 mL 水,并开启搅拌器缓慢搅拌。将称取的试样迅速倒入烧瓶中,待试样完全溶解后,加速搅拌,但不应使溶液中产生气泡。将烧瓶移入恒温水浴中加热溶液至 90 °C 并保持 5 min,停止加热,继续搅拌 1 h。补充一定体积的水,使溶液质量约为 150 g,继续搅拌使溶液均匀。用玻璃砂坩埚抽滤溶液至锥形瓶中,冷却。于 20 °C ± 0.5 °C 下用奥氏毛细管黏度计分别测定试样溶液和标准黏度液的流出时间(标准黏度液的流出时间可根据毛细黏度计状态不定期进行测定)。

A.11.4 结果计算

试样溶液的黏度(20 °C) η 以毫帕秒(mPa · s)计,按式 (A.12) 计算:

$$\eta = \frac{\nu_0}{t_0} \times dt \quad \dots\dots\dots (A.12)$$

式中：

ν_0 ——标准黏度液的运动黏度(20 ℃),单位为平方毫米每秒(mm²/s)；

t_0 ——标准黏度液的流出时间,单位为秒(s)；

d ——试样溶液于 20 ℃时的密度,单位为克每毫升(g/mL)；

t ——试样溶液的流出时间,单位为秒(s)。

附录 B

聚乙烯醇标准红外光谱图

聚乙烯醇标准红外光谱图见图 B.1。

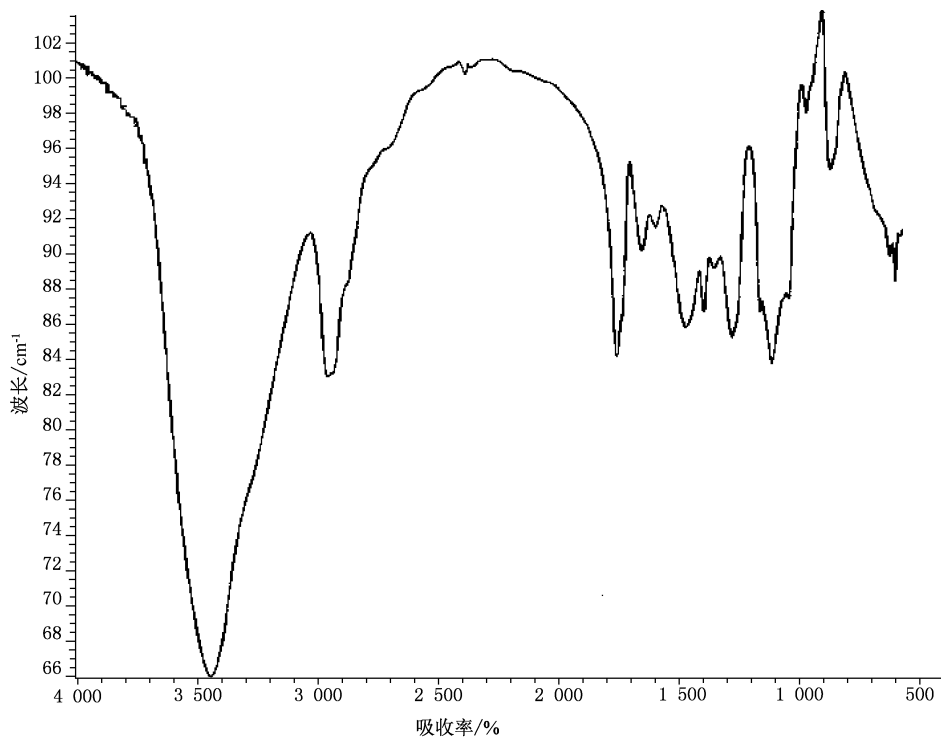


图 B.1 聚乙烯醇标准红外光谱图