

中华人民共和国国家标准

GB 1886.71—2015

食品安全国家标准 食品添加剂 1,2-二氯乙烷

2015-09-22 发布 2016-03-22 实施

中 华 人 民 共 和 国 _{发 布} 国家卫生和计划生育委员会

食品安全国家标准 食品添加剂 1,2-二氯乙烷

1 范围

本标准适用于由氯与乙烯反应制得的食品添加剂 1,2-二氯乙烷。

- 2 化学名称、结构式、分子式和相对分子质量
- 2.1 化学名称

1,2-二氯乙烷

2.2 结构式

2.3 分子式

 $C_2 H_4 Cl_2$

2.4 相对分子质量

98.96(按 2007 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	无色	取适量样品置于清洁、干燥的具塞锥形瓶中,在
状态	透明易流动油状液体	自然光线下,观察其色泽和状态

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
折光率(n ²⁰)	1.444~1.446	GB/T 614
相对密度(d20)	1.245~1.255	GB 5009.2
沸程/℃	82~85	GB/T 615
水分, w/%	0.03	GB/T 606
酸度(以盐酸计)/(mg/kg) <	10.0	附录 A 中 A.3
游离卤素试验	通过试验	附录 A 中 A.4
蒸发残渣, w/%	0.002	GB/T 9740
铅(Pb)/(mg/kg)	1.0	GB 5009.12

附 录 A 检验方法

A.1 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 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.2 鉴别试验

A.2.1 溶解性

- **A.2.1.1** 有机溶剂溶解性:取 5 mL 样品于 100 mL 具塞比色管中,分别任取 $1\sim10$ 倍体积比的乙醇、乙醚、丙酮等有机溶剂与样品混合,振摇 1 min,静置 10 min,观察是否分层。试样应与乙醇、乙醚、丙酮混溶。
- **A.2.1.2** 水溶解性:取 0.5 mL 样品于 100 mL 具塞比色管中,加入 100 倍以上体积比的水与样品混合,振摇 1 min,静置 10 min,观察是否分层。试样溶于约 120 倍体积的水。

A.2.2 1,2-二氯乙烷的质谱定性

A.2.2.1 方法提要

试样直接注入气相色谱质谱仪中,1,2-二氯乙烷在毛细管色谱柱中分离后,用气相色谱质谱仪采用 全扫描方式进行检测定性。

A.2.2.2 试剂和材料

- **A.2.2.2.1** 1,2-二氯乙烷标准品:纯度大于等于 99%。
- A.2.2.2.2 正己烷:色谱纯。

A.2.2.3 仪器和设备

气相色谱-质谱仪。

A.2.2.4 鉴别方法

A.2.2.4.1 参考气相色谱测定条件

参考气相色谱测定条件如下:

- a) 色谱柱:毛细管色谱柱 WAX MS 30 m×0.25 mm×0.25 μm 或相当者;
- b) 进样口温度:230 ℃;
- c) 进样方式:分流进样,分流比1:50;
- d) 进样量:0.2 μL;
- e) 柱温:初始温度 40 ℃,以 5 ℃/min 的速率升温至 90 ℃,以 40 ℃/min 的速率升温至 250 ℃;
- f) 载气:氦气,纯度大于等于 99.999%;

g) 流速:1.0 mL/min(恒流)。

A.2.2.4.2 参考质谱测定条件

参考质谱测定条件如下:

- a) 气相色谱质谱接口温度:280℃;
- b) 离子源:电子轰击离子源,70 eV;
- c) 离子源温度:230 ℃;
- d) 溶剂延迟:2 min;
- e) 质量扫描方式:全扫描;
- f) 离子扫描范围 $(m/z):20\sim300$ 。

A.2.2.4.3 测定

在 A.2.2.4.1 和 A.2.2.4.2 的条件下注入标准溶液 0.2 μ L,进行气相色谱质谱分析。1,2-二氯乙烷的参考保留时间为 3.690 min。标准品的质谱图参见附录 B 中图 B.1。

A.3 酸度(以盐酸计)的测定

A.3.1 试剂和材料

- A.3.1.1 乙醇。
- **A.3.1.2** 氢氧化钠标准滴定溶液,c(NaOH)=0.01 mol/L。
- A.3.1.3 酚酞指示液:10 g/L。

A.3.2 仪器和设备

- A.3.2.1 分析天平:感量 0.000 1 g。
- A.3.2.2 具塞锥形瓶:100 mL。
- A.3.2.3 单标移液管:25 mL。
- A.3.2.4 滴定管:10 mL,最小刻度 0.05 mL。

A.3.3 分析步骤

取乙醇 25 mL,移入 100 mL 具玻塞的磨沙口锥形烧瓶中,加酚酞指示液 2 滴。用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至首次出现淡粉红色。用单标移液管加入试样 25 mL(约 31 g),混匀,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至再次出现淡粉红色,记录此时消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积。其消耗量不应超过 0.85 mL。

A.3.4 结果计算

酸度(以盐酸计)w₂,单位为毫克每千克(mg/kg),按式(A.1)计算:

$$w_2 = \frac{c \times V_1 \times M}{\rho \times V} \times 1 \ 000 \qquad \qquad \cdots$$
 (A.1)

式中:

- c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_1 ——消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- M ——盐酸的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol),M(HCl)=36.45;
- ρ 试样的密度,单位为克每毫升(g/mL);
- V ——试样的体积,单位为毫升(mL);

1000 — 换算系数。

A.4 游离卤素试验

A.4.1 试剂和材料

- A.4.1.1 碘化钾溶液:10%。
- **A.4.1.2** 淀粉溶液:取1g淀粉与0.01g红氧化汞混合,加入足够的冷水使成稀薄糊状。加沸水20 mL,在不断搅拌下煮沸1 min,冷却。取澄清液供用。

A.4.2 分析步骤

取试样 10 mL,加 10%碘化钾溶液(A.4.1.1)10 mL 和淀粉溶液(A.4.1.2)1 mL 混合后,强烈振摇 2 min,静置分层后,观察水层颜色是否变蓝,水层颜色不变蓝为通过试验。

附 录 B 1,2-二氯乙烷标准品气相色谱质谱图

1,2-二氯乙烷标准品气相色谱质谱图见图 B.1。

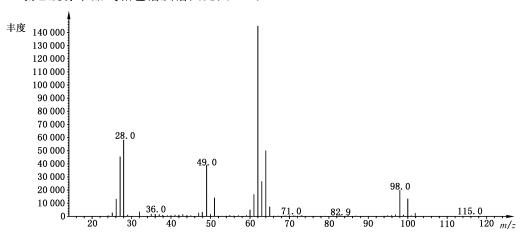


图 B.1 1,2-二氯乙烷标准品气相色谱质谱图