

中华人民共和国国家标准

GB 1886.298—2018

食品安全国家标准

食品添加剂 聚氧丙烯氧化乙烯甘油醚

2018-06-21 发布

2018-12-21 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

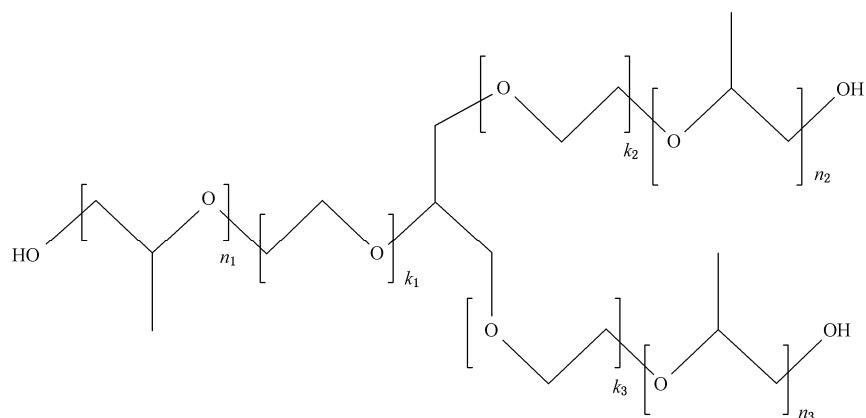
食品安全国家标准

食品添加剂 聚氧丙烯氧化乙烯甘油醚

1 范围

本标准适用于以环氧乙烷、环氧丙烷、丙三醇为原料,经聚合、中和、精制而成的食品添加剂聚氧丙烯氧化乙烯甘油醚。

2 结构式



k_1, k_2, k_3 : 环氧乙烷聚合度, $k_1 + k_2 + k_3 > 10$;

n_1, n_2, n_3 : 环氧丙烷聚合度, $n_1 + n_2 + n_3 > 3$ 。

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	无色或微黄色	取适量试样置于清洁、干燥的比色管中,在自然光线下,观察其色泽和状态
状态	透明液体	

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
水分, $w/\%$	≤ 0.5	GB 5009.3 卡尔·费休法
羟值(以 KOH 计)/(mg/g)	≤ 88	GB/T 7383 邻苯二甲酸酐法
环氧乙烷/(mg/kg)	≤ 5	附录 A 中 A.3
环氧丙烷/(mg/kg)	≤ 5	附录 A 中 A.3
注: 产品原料及工艺过程中应尽可能减少重金属污染的可能性。		

附录 A

检验方法

A.1 一般规定

本标准所用试剂和水在未注明其他要求时,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、杂质测定用标准溶液、制剂和制品在未注明其他要求时,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

取适量试样,按照 GB/T 6040 测定红外吸收光谱,应在 $2\ 870\ \text{cm}^{-1}$ ($\pm 10\ \text{cm}^{-1}$) 及 $1\ 110\ \text{cm}^{-1}$ ($\pm 10\ \text{cm}^{-1}$) 波数处显示吸收峰。

A.3 环氧乙烷及环氧丙烷的测定

A.3.1 方法提要

试样用 N-甲基-2-吡咯烷酮(NMP)按 1 : 10 比例稀释,缓和试样对氧化物响应因子的基体效应。将一部分稀释液顶空注射到气相色谱仪里,分离氧化物,采用火焰离子化检测器进行检测。以溶解在 NMP 中的环氧乙烷(EO)或环氧丙烷(PO)为标准物确定响应因子,根据峰面积采用外标法定量。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 干冰。

A.3.2.2 N-甲基-2-吡咯烷酮(NMP)。

A.3.2.3 环氧乙烷(EO)标准品:纯度 $\geqslant 99\%$ 。

A.3.2.4 环氧丙烷(PO)标准品:纯度 $\geqslant 99\%$ 。

A.3.3 仪器和设备

气相色谱仪:配备火焰离子化检测器,或其他等效的检测器和顶空进样器。

A.3.4 参考色谱条件

A.3.4.1 色谱柱:石英毛细管柱($\phi 0.32\ \text{mm} \times 60\ \text{m}$),涂层为 14% 氰丙基苯基-二甲基聚硅氧烷,厚度为 $1.5\ \mu\text{m}$,或同等性能的色谱柱。

A.3.4.2 柱温:35 °C 下保持 12 min,以 $5\ ^\circ\text{C}/\text{min}$ 升温至 105 °C,再以 $35\ ^\circ\text{C}/\text{min}$ 升温至 240 °C,保持 10 min。

A.3.4.3 进样口温度:200 °C。

A.3.4.4 检测器温度:275 °C。

A.3.4.5 检测器载气:氮气。

A.3.4.6 载气流速:5 mL/min 下保持 1 min,以 $40\ \text{mL}/\text{min}$ 降速至 $2\ \text{mL}/\text{min}$,保持 39 min。

A.3.4.7 氢气流速:40 mL/min。

A.3.4.8 空气流速:450 mL/min。

A.3.4.9 分流比:6:1。

A.3.5 参考顶空进样条件

A.3.5.1 定量环规格:3 mL。

A.3.5.2 顶空瓶压力:107 kPa。

A.3.5.3 载气压力:207 kPa。

A.3.5.4 炉温:100 °C。

A.3.5.5 定量环温度:200 °C。

A.3.5.6 传输线温度:200 °C。

A.3.5.7 循环时间:45 min。

A.3.5.8 进样时间:0.5 min。

A.3.5.9 定量环平衡时间:0.15 min。

A.3.5.10 定量环填充时间:0.10 min。

A.3.5.11 顶空瓶平衡时间:30 min。

A.3.5.12 顶空瓶加压时间:0.2 min。

A.3.6 分析步骤

A.3.6.1 环氧乙烷标准储备液的制备

取40mL玻璃小瓶,去皮重,加入 $25.0\text{ g}\pm 0.5\text{ g}$ N-甲基-2-吡咯烷酮,封盖,称量。使用经干冰冷却的1mL注射器抽取0.8mL同样冷却(约5min)的环氧乙烷标准品。通过刺穿隔片注入40mL小瓶中,完全混合(混合振摇时不要让混合物触及瓶盖内表面),冷却,称量,计算出加入环氧乙烷标准品的质量。取下40mL小瓶的瓶盖,加入适量N-甲基-2-吡咯烷酮,使液面距离小瓶顶端约1cm处,使用另一未刺穿并称量的新瓶盖封盖,回暖至室温,擦拭干瓶外的凝结水,得到环氧乙烷标准储备液。对封盖的40mL小瓶和弃用的瓶盖进行称量,计算出加入N-甲基-2-吡咯烷酮的质量。

A.3.6.2 环氧丙烷标准储备液的制备

取40mL玻璃小瓶,去皮重,加入 $25.0\text{ g}\pm 0.5\text{ g}$ N-甲基-2-吡咯烷酮,封盖,称量。使用经干冰冷却的1mL注射器抽取0.8mL环氧丙烷标准品,通过刺穿隔片注入40mL小瓶中,完全混合(混合振摇时不要让混合物触及瓶盖内表面),冷却,称量,计算出加入环氧丙烷标准品的质量。取下40mL小瓶的瓶盖,加入适量N-甲基-2-吡咯烷酮,使液面距离小瓶顶端约1cm处,使用另一未刺穿并称量的新瓶盖封盖,回暖至室温,擦拭干瓶外的凝结水,得到环氧丙烷标准储备液。对封盖的40mL小瓶和弃用的瓶盖进行称量,计算出加入N-甲基-2-吡咯烷酮的质量。

A.3.6.3 环氧乙烷或环氧丙烷标准溶液的制备

取40mL玻璃小瓶,去皮重,加入 $25.0\text{ g}\pm 0.5\text{ g}$ N-甲基-2-吡咯烷酮,封盖,称量。使用经干冰冷却的1mL注射器抽取0.1mL同样冷却的环氧乙烷或环氧丙烷标准储备液加入,冷却,称重,计算出加入环氧乙烷或环氧丙烷标准储备液的质量。取下瓶盖,加入适量N-甲基-2-吡咯烷酮,使液面距离小瓶顶端约1cm处,使用另一未刺穿并称量的新瓶盖封盖,回暖至室温,擦拭干瓶外的凝结水,得到环氧乙烷或环氧丙烷标准溶液。对封盖的小瓶和弃用的瓶盖进行称量,计算出加入N-甲基-2-吡咯烷酮的质量。

A.3.6.4 顶空瓶中校正标准液的制备

取20mL顶空瓶,注入0.9mLN-甲基-2-吡咯烷酮,封盖,去皮重。使用经干冰冷却的1mL注射

器抽取 0.1 mL 同样冷却的环氧乙烷或环氧丙烷标准溶液加入, 得到顶空瓶中校正标准液, 称量, 计算出校正标准液的质量。重复以上步骤 4 次, 共制得 5 份校正标准液。

A. 3. 6. 5 试样液的制备

取 20 mL 顶空瓶, 注入 0.9 mL N-甲基-2-吡咯烷酮, 封盖, 去皮重。使用经干冰冷却的 1 mL 注射器抽取 0.1 mL 试样加入, 得到试样液, 称量, 计算出加入试样的质量。

A. 3. 6. 6 测定

将 5 份校正标准液和试样液放入顶空进样盘中, 在 A. 3. 4 和 A. 3. 5 参考操作条件下, 对每个顶空瓶进行色谱分析。环氧乙烷的相对保留时间约为 6.4 min, 环氧丙烷的相对保留时间约为 9.2 min(见 B. 1)。

A. 3. 7 结果计算

A. 3. 7. 1 校正系数

校正系数 R_f 按式(A. 1)计算:

$$R_f = \frac{m_0 \times m_1}{m_2 \times m_3} \times \frac{m_s}{A_s} \quad \text{(A. 1)}$$

式中:

m_0 —— 环氧乙烷或环氧丙烷标准品的质量, 单位为克(g);

m_1 —— 标准溶液中加入标准储备液的质量, 单位为克(g);

m_2 —— 标准储备液中加入 N-甲基-2-吡咯烷酮的质量, 单位为克(g);

m_3 —— 标准溶液中加入 N-甲基-2-吡咯烷酮的质量, 单位为克(g);

m_s —— 校正标准液的质量, 单位为克(g);

A_s —— 校正标准液中环氧乙烷或环氧丙烷标准品的峰面积。

A. 3. 7. 2 环氧乙烷或环氧丙烷

环氧乙烷或环氧丙烷的含量 w_i 以毫克每千克(mg/kg)计, 按式(A. 2)计算:

$$w_i = \frac{R_f \times A_i}{m_i} \times 10^6 \quad \text{(A. 2)}$$

式中:

R_f —— 校正系数;

A_i —— 试样液中环氧乙烷或环氧丙烷的峰面积;

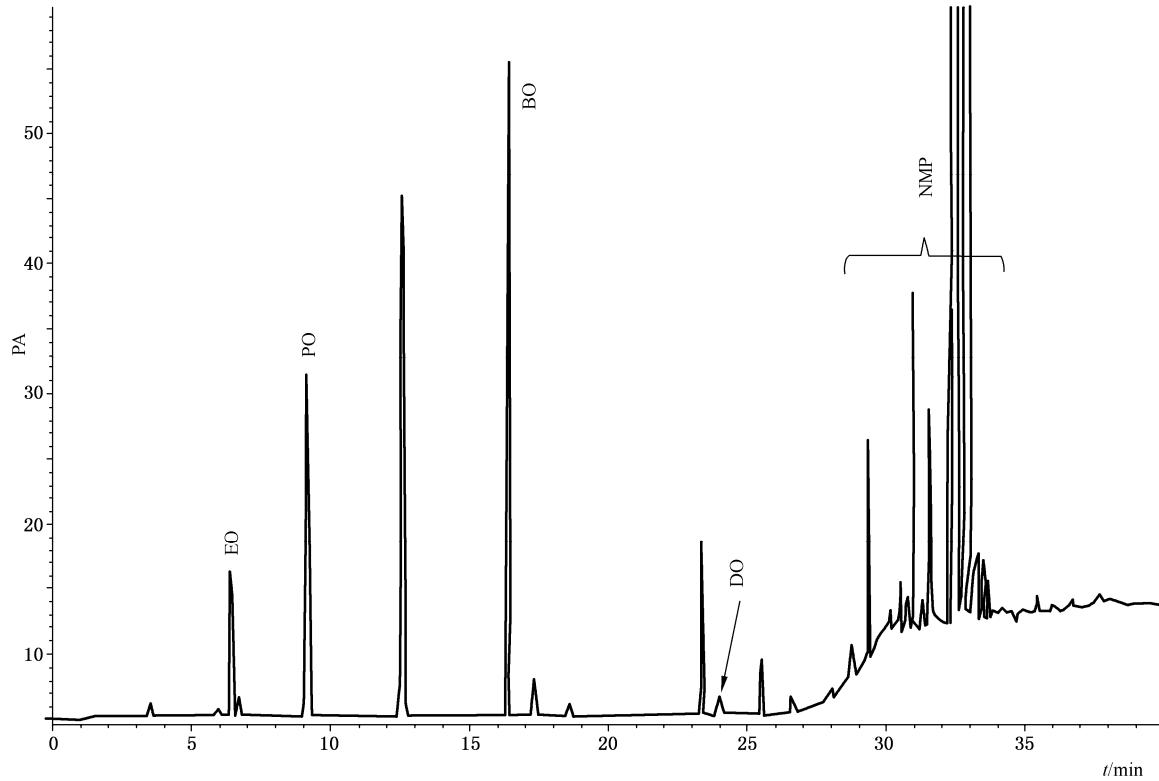
m_i —— 试样的质量, 单位为克(g);

10^6 —— 质量换算系数。

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环氧乙烷的 2 次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 12.1%, 在重复性条件下获得环氧丙烷的 2 次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 7.3%。

附录 B
气相色谱图

校正标准液的参考气相色谱图见图 B. 1。



说明：

EO——环氧乙烷；

PO——环氧丙烷；

BO——环氧丁烷；

DO——1,4-二氧六环；

NMP——N-甲基-2-吡咯烷酮。

图 B. 1 校正标准液的参考气相色谱图