

中华人民共和国国家标准

GB 1886.72—2016

食品安全国家标准 食品添加剂 聚氧乙烯聚氧丙烯胺醚

2016-08-31 发布 2017-01-01 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 聚氧乙烯聚氧丙烯胺醚

1 范围

本标准适用于以环氧乙烷、环氧丙烷、低分子胺(如三异丙醇胺)为主要原料,氢氧化钾作为催化剂,聚合而成的食品添加剂聚氧乙烯聚氧丙烯胺醚。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

2.1 化学名称

聚氧乙烯聚氧丙烯胺醚

2.2 分子式

 $N[(CHCH_3CH_2O)_m(C_2H_4O)_nH]_3$

2.3 结构式

2.4 相对分子质量

3 000~4 200 (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	无色或微黄色		
状态	油状液体	取适量样品置于清洁、干燥的烧杯中,在自然光线下, 观察其色泽和状态,嗅其气味	
气味	略有芳香气味		

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
羟值(以 KOH 计)/(mg/g)		40.0~56.0	附录 A 中 A.3
酸值(以 KOH 计)/(mg/g)	\leq	0.50	附录 A 中 A.4
浊点/℃	€	40.0	附录 A 中 A.5
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq	2.0	GB 5009.12
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	\leq	1.0	GB 5009.11

附录A 检验方法

A.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时应小心谨慎。如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

A.2 一般规定

本标准除另有规定外,所用试剂的纯度应在分析纯以上,所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,应按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备,试验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规定。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 羟值(以 KOH 计)的测定

A.3.1 方法提要

在回流条件下,试样的羟基与溶解在吡啶中的邻苯二甲酸酐进行酯化反应。以酚酞为指示剂,用氢氧化钾标准滴定溶液中和酯化反应所生成的酸和过量邻苯二甲酸酐水解所产生的邻苯二甲酸,由滴定试样溶液和空白溶液所耗用的氢氧化钾标准滴定溶液之差来计算羟值。

A.3.2 试剂和材料

- **A.3.2.1** 吡啶:沸点在 114 ℃~116 ℃。
- **A.3.2.2** 氢氧化钾标准滴定溶液:c(KOH)=0.5 mol/L。
- A.3.2.3 酚酞指示剂:称取1g酚酞溶于100 mL吡啶中。
- A.3.2.4 邻苯二甲酸酐:纯度不低于 99.5%。
- A.3.2.5 邻苯二甲酸酐吡啶溶液(酰化试剂)。

配制:将 $140 \text{ g}\pm 1 \text{ g}$ 邻苯二甲酸酐,置于 2 L 棕色玻璃瓶中。加入 1 L 吡啶,用力振摇直至完全溶解。若用 GB/T 3143 规定方法测定其色度超过 200 黑曾单位,则此溶液不能使用。

浓度的验证:取 25.0 mL 酰化试剂于 250 mL 锥形瓶中,加入酚酞指示剂 4 滴~5 滴,用氢氧化钾标准滴定溶液滴定至终点,消耗的氢氧化钾标准滴定溶液应为 83 mL~87 mL。

A.3.3 仪器和设备

- **A.3.3.1** 分析天平:精确至1 mg。
- A.3.3.2 碱式滴定管:50 mL。
- A.3.3.3 磨口平底烧瓶:250 mL,具有锥形磨口玻璃接口。
- A.3.3.4 冷凝管:带有锥形磨口玻璃接头,能与烧瓶配合。
- A.3.3.5 移液管:25 mL。
- A.3.3.6 电磁搅拌器。
- A.3.3.7 油浴装置。

A.3.4 分析步骤

A.3.4.1 酰化

称取试样 7 g(精确至 0.001 g)于干燥烧瓶中,加入 25.0 mL 邻苯二甲酸酐吡啶溶液。将预先用吡啶淋洗过的冷凝管与烧瓶相连,旋转摇动,使烧瓶中的试样混匀。将烧瓶放入 115 ℃±2 ℃油浴中回流 1 h,再冷却至室温。

A.3.4.2 水解和滴定

用吡啶淋洗冷凝管,取下烧瓶,用水冲洗磨口玻璃接头。在烧瓶中放入搅拌磁子,将烧瓶置于电磁搅拌器上,开启搅拌器。用碱式滴定管准确加入50.0 mL氢氧化钾标准滴定溶液,加入4滴~5滴酚酞指示剂,用氢氧化钾标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色,并维持15s不褪色即为终点。

A.3.4.3 空白试验

在测定的同时,不加试样,用溶剂进行两个空白试验。

空白试验和试样所耗用的氢氧化钾标准滴定溶液体积之差为 10 mL~15 mL。

若两者体积之差大于 15 mL,说明试样量太多(羟值比估计值大),应减少试样量,若两者体积之差小于 10 mL,说明试样量太少(羟值比估计值要小),应增加试样量。

A.3.5 结果计算

羟值(以 KOH 计)的质量分数 w_1 ,单位为毫克每克(mg/g),按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_0 - V) \times c \times M}{m} \qquad \dots$$
 (A.1)

式中:

 V_0 ——空白溶液所消耗的氢氧化钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V ——滴定试样溶液所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的浓度,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(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(保留一位小数)。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 1.5 mg/g。

A.4 酸值(以 KOH 计)的测定

A.4.1 方法提要

以酚酞为指示剂,用氢氧化钾标准溶液来滴定样品的乙醇溶液,根据消耗氢氧化钾标准滴定溶液的体积计算得到酸值。

A.4.2 试剂和材料

- **A.4.2.1** 氢氧化钾标准滴定溶液:c(KOH) = 0.1 mol/L。
- A.4.2.2 酚酞指示剂:称取1g酚酞溶于100 mL95%乙醇溶液中。
- A.4.2.3 中性乙醇溶液:(95+5)。

去除二氧化碳:缓慢回流乙醇溶液 5 min,以除去二氧化碳。冷却至室温,加入酚酞指示剂 4 滴~

5滴,用氢氧化钾标准溶液中和至溶液刚变成粉红色。

A.4.3 仪器和设备

- A.4.3.1 天平:精确至1 mg。
- A.4.3.2 锥形瓶:容量 250 mL。
- A.4.3.3 碱式滴定管:容量 25 mL。

A.4.4 分析步骤

称取试样 10 g(精确至 0.001 g)于锥形瓶中,加入 100 mL 乙醇溶液,振摇锥形瓶使试样完全溶解,加入 4 滴~5 滴酚酞指示剂,用氢氧化钾标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色,并维持 <math>15 s 不褪色即为终点。记录下氢氧化钾标准溶液用量。

A.4.5 结果计算

酸值(以 KOH 计)的质量分数 w_2 ,单位为毫克每克(mg/g),按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{M \times V_1 \times c_1}{m_1} \qquad \qquad \dots$$
 (A.2)

式中:

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

 V_1 ——滴定试样溶液所消耗的氢氧化钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

 c_1 ——氢氧化钾标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

 m_1 ——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(保留 2 位有效数字)。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

A.5 浊点的测定

A.5.1 方法提要

试样溶于二乙二醇丁醚溶液,在水浴中加热至液体完全不透明,冷却并不断搅拌,观察不透明消失时的温度。

A.5.2 试剂和材料

二乙二醇丁醚溶液:化学纯,25%质量分数。

A.5.3 分析步骤

称取试样 5 g(精确至 0.01 g)于锥形瓶中,加入 45 g二乙二醇丁醚溶液,摇匀,使试样完全溶解。将 15 mL 试样溶液转移到试管中,插入温度计,然后将试管移入盛有水的烧杯中,加热,用温度计轻轻搅拌直至溶液完全呈不透明(溶液的温度应不超过不透明温度 10 °C),停止加热。试管仍保留在烧杯中,用温度计轻轻搅拌溶液,使其慢慢冷却,记录不透明消失时的温度。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准(保留一位小数)。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 0.5~ $^{\circ}$ $^{\circ}$ 。

5