

中华人民共和国国家标准

GB 31630—××××

食品安全国家标准 食品添加剂 聚乙烯醇

(征求意见稿)

202×-××-××发布

202×-××-××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

前 言

本标准代替 GB 31630—2014《食品安全国家标准 食品添加剂 聚乙烯醇》。

本标准与 GB 31630—2014 相比，主要变化如下：

- 增加了溶解性鉴别试验；
- 修改了甲醇和乙酸甲酯的检验方法；
- 黏度检验方法中增加了使用乌别洛特毛细管黏度计；
- 增加了铅含量的检验方法。

食品安全国家标准公开征求意见

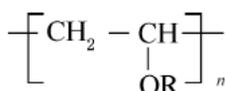
食品安全国家标准

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品添加剂聚乙烯醇。

2 分子式



R: H或COCH₃

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	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

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, w/%	≤ 5.0	附录 A 中 A.3
灼烧残渣, w/%	≤ 1.0	附录 A 中 A.4
水不溶物, w/%	≤ 0.1	附录 A 中 A.5
粒度 (通过 0.150 mm 试验筛), w/%	≥ 99.0	附录 A 中 A.6
甲醇, w/%	≤ 1.0	附录 A 中 A.7

表 2 (续)

项 目	指 标	检 验 方 法
乙酸甲酯, w/%	≤ 1.0	附录 A 中 A.7
酸值 (以 KOH 计) / (mg/g)	≤ 3.0	附录 A 中 A.8
酯化值 (以 KOH 计) / (mg/g)	125~153	附录 A 中 A.9
水解度, w/%	86.5~89.0	附录 A 中 A.9
黏度 (4% 溶液, 20 ℃) / (mPa·s)	4.8~5.8	附录 A 中 A.10
铅 (Pb) / (mg/kg)	≤ 2.0	GB 5009.75 或 GB 5009.12

食品安全国家标准公开征求意见

附录 A

检验方法

警示：本检验方法中使用的部分试剂具有毒性、腐蚀性及易燃性，操作者须小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。使用易燃品时，严禁使用明火加热。

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中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、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的规定制备。所用溶液在未注明用何种溶剂配制时，均指水溶液。

A.2 鉴别试验

A.2.1 pH

称取 4.0 g 试样，置于烧杯中，加入 100 mL 水，加热至溶解完全，冷却至室温，用 pH 计测定溶液的 pH，应为 5.0~6.5。

A.2.2 红外光谱

以溴化钾作为分散剂，试样的红外光谱图应与图B.1一致。

A.2.3 显色反应A

A.2.3.1 试剂和材料

A.2.3.1.1 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1000 mL，摇匀。

A.2.3.1.2 硼酸溶液：在25 mL水中溶解1 g硼酸，摇匀。

A.2.3.2 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.2.4 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.2.5 沉淀反应

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

A.2.6 溶解性

称取约1.0 g试样，置于盛有10 mL水的烧杯，适当加热使之完全溶解。

称取约1.0 g试样，置于盛有10 mL乙醇（95%），应略微溶解。

A.3 干燥减量的测定

A.3.1 仪器和设备

A.3.1.1 称量瓶：Φ60 mm×30 mm。

A.3.1.2 电热恒温干燥箱：控温范围105℃±2℃。

A.3.2 分析步骤

称取约5 g试样，精确至0.0002 g，置于已于105℃±2℃下干燥至恒重的称量瓶中，在105℃±2℃的电热恒温干燥箱中干燥3 h。于干燥器中放置至室温后称量。

A.3.3 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.4 灼烧残渣的测定

A.4.1 仪器和设备

A.4.1.1 瓷坩埚：100 mL。

A.4.1.2 高温炉：控温范围800℃±25℃。

A.4.2 分析步骤

称取约2 g试样，精确至0.0002 g，置于在800℃±25℃下恒重的瓷坩埚中，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℃±25℃的高温炉中灼烧至恒重。

A.4.3 结果计算

灼烧残渣的质量分数 w_2 按式 (A.2) 计算。

$$w_2 = \frac{m_3 - m_4}{m_5} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

m_3 ——残渣和瓷坩埚的质量，单位为克 (g)；

m_4 ——瓷坩埚的质量，单位为克 (g)；

m_5 ——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.5 水不溶物的测定

A.5.1 仪器和设备

A.5.1.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径约为100 μm~160 μm。

A.5.1.2 电热恒温干燥箱：控温范围105℃±2℃。

A.5.2 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 下干燥至恒重的玻璃砂坩埚过滤，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 下干燥至恒重。

A.5.3 结果计算

水不溶物含量的质量分数 w_3 按式(A.3)计算。

$$w_3 = \frac{m_6 - m_7}{m_8} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots(A.3)$$

式中：

m_6 ——玻璃砂坩埚和水不溶物的质量，单位为克（g）；

m_7 ——玻璃砂坩埚的质量，单位为克（g）；

m_8 ——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.6 粒度（通过 0.150 mm 试验筛）的测定

A.6.1 仪器和设备

A.6.1.1 试验筛： $\phi 200 \times 50$ —0.150/0.1 GB/T 6003.1—2022，带有筛盖和筛底。

A.6.1.2 电动振筛机：振动频率为 100 次/min~300 次/min，振幅 1 mm~6 mm。

A.6.2 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 0.01 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.6.3 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。

$$w_4 = \frac{m_9}{m_{10}} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots(A.4)$$

式中：

m_9 ——筛下物的质量，单位为克（g）；

m_{10} ——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 0.1%。

A.7 甲醇和乙酸甲酯的测定

A.7.1 试剂和材料

A.7.1.1 内标液：准确称取 0.6 g 丙酮，精确至 0.0002 g，置于 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

A. 7. 1. 2 甲醇和乙酸甲酯溶液：分别准确称取0.125 g甲醇和0.125 g乙酸甲酯（乙酸甲酯的质量分数 $\geq 99.95\%$ ），精确至0.0002 g，置于50 mL容量瓶中，用内标液稀释至刻度，摇匀。此溶液含甲醇2.5 g/L，含乙酸甲酯2.5 g/L。

A. 7. 2 仪器和设备

A. 7. 2. 1 气相色谱仪：配有火焰离子化检测器。

A. 7. 2. 2 顶空自动进样器。

A. 7. 2. 3 顶空瓶：20 mL。

A. 7. 2. 4 顶空进样针：1.0 mL。

A. 7. 2. 5 记录仪：色谱数据处理机或色谱工作站。

A. 7. 3 分析步骤

A. 7. 3. 1 参考顶空条件：

——顶空瓶平衡温度：80 ℃；平衡时间：30 min；

——定量管温度：80 ℃；

——传输线温度：100 ℃。

A. 7. 3. 2 参考色谱条件：

——毛细管柱：6 % 氰丙基苯基和94 % 聚二甲基硅氧烷（30.0 m \times 0.530 mm \times 3.00 μ m）；

——载气：高纯氮气，纯度 $\geq 99.999\%$ ；

——载气流速：2 mL/min；

——进样方式：自动进样；

——分流比：不分流；

——进样口温度：200 ℃；

——检测器温度：250 ℃；

——柱温程序：初始温度为40 ℃，维持8 min，10 ℃/min升至150 ℃，维持2 min。

A. 7. 3. 3 甲醇和乙酸甲酯溶液的测定：准确移取2.00 mL的甲醇和乙酸甲酯溶液，置于顶空瓶内，密封，放入气相色谱顶空进样装置进行测定，得到该溶液对应的甲醇、丙酮、乙酸甲酯的峰面积。

A. 7. 3. 4 试验溶液的测定：称取0.5 g试样，精确至0.0002 g，置于顶空瓶中，加入2.00 mL内标液，密封，摇匀，放入气相色谱顶空进样装置进行测定，得到试验溶液对应的甲醇、丙酮、乙酸甲酯的峰面积（气相色谱图参见附录C）。

A. 7. 4 结果计算

甲醇或乙酸甲酯的质量分数 w_5 按式 (A.5)计算。

$$w_5 = \frac{\rho \times V \times 10^{-3}}{m_{11}} \times \frac{A}{A_a} \times \frac{A_{a0}}{A_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.5)$$

式中：

ρ ——甲醇和乙酸甲酯溶液的甲醇的质量浓度或乙酸甲酯的质量浓度，单位为克每升（g/L）；

V ——移入顶空瓶中甲醇和乙酸甲酯溶液的体积，单位为毫升（mL）；

A ——试验溶液测试中甲醇或乙酸甲酯的响应峰的峰面积；

A_a ——试验溶液测试中丙酮的响应峰的峰面积；

A_{a0} ——甲醇和乙酸甲酯溶液测试中丙酮的响应峰的峰面积；

A_0 ——甲醇和乙酸甲酯溶液测试中甲醇或乙酸甲酯的响应峰的峰面积；

m_{11} ——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 酸值（以KOH计）的测定

A.8.1 试剂和材料

A.8.1.1 无二氧化碳的水。

A.8.1.2 酚酞指示液（10 g/L）：使用期为2周。

A.8.1.3 氢氧化钾标准滴定溶液： $c(\text{KOH})=0.05 \text{ mol/L}$ 。

A.8.1.3.1 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，用塑料管量取2.7 mL上层清液，用无二氧化碳的水稀释至1000 mL。

A.8.1.3.2 标定：称取0.36 g于105℃~110℃干燥至恒重的工作基准试剂邻苯二甲酸氢钾，精确至0.0002 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.8.1.3.3 计算：氢氧化钾标准滴定溶液的浓度 $[c(\text{KOH})]$ ，单位为摩尔每升（mol/L），按式（A.6）计算。

$$c(\text{KOH}) = \frac{m_{12} \times 1000}{M_1 \times (V_1 - V_2)} \dots\dots\dots (\text{A.6})$$

式中：

m_{12} ——称取的基准邻苯二甲酸氢钾质量，单位为克（g）；

M_1 ——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 ——空白试验所消耗的氢氧化钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

1 000 ——换算因子。

A.8.2 仪器和设备

A.8.2.1 圆底烧瓶：500 mL。

A.8.2.2 球形冷凝管。

A.8.2.3 水浴恒温磁力搅拌器。

A.8.3 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。将圆底烧瓶及球形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.8.4 结果计算

酸值[以氢氧化钾（KOH）计]的质量分数 w_6 ，单位为毫克每克（mg/g），按式（A.7）计算。

$$w_6 = \frac{V_3 \times c \times M_2 \times 250}{m_{13} \times 50} \dots\dots\dots (\text{A.7})$$

式中：

V_3 ——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浓度的准确浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

M_2 ——氢氧化钾的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol） [$M(\text{KOH})=56.10$]；

m_{13} ——试样的质量，单位为克（g）；

250——容量瓶容积，单位为毫升（mL）；

50——移取试验溶液的体积，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.9 酯化值（以KOH计）和水解度的测定

A.9.1 试剂和材料

A.9.1.1 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.9.1.2 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl})=0.5 \text{ mol/L}$ 。

A.9.1.3 酚酞指示液（10 g/L）：使用期为2周。

A.9.2 仪器和设备

A.9.2.1 圆底烧瓶：250 mL。

A.9.2.2 球形冷凝管。

A.9.2.3 沸水浴。

A.9.2.4 玻璃珠。

A.9.3 分析步骤

称取 $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样，置于圆底烧瓶中，移取25.00 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。

A.9.4 结果计算

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

$$w_7 = \frac{(V_4 - V_5) \times c_1 \times M_3}{m_{14}} \dots\dots\dots \text{(A.8)}$$

式中：

V_4 ——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_5 ——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_1 ——盐酸标准滴定溶液的准确浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

M_3 ——氢氧化钾的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol） [$M(\text{KOH})=56.10$]；

m_{14} ——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 ，单位为毫克每克（mg/g），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:

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);

7.84——换算因子;

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} ,单位为毫克每克(mg/g),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.10 黏度(4%溶液, 20℃)的测定

A.10.1 试剂和材料

标准黏度液: 选用运动黏度为5 mm²/s。

A.10.2 仪器和设备

A.10.2.1 烧瓶: 圆底, 250 mL。

A.10.2.2 玻璃砂坩埚: 滤板孔径约为100 μm~160 μm。

A.10.2.3 搅拌器。

A.10.2.4 恒温水浴: 温度波动范围小于0.5℃。

A.10.2.5 温度计: 分度值0.1℃。

A.10.2.6 奥斯特瓦尔德毛细管黏度计(如图A.1)或乌别洛特毛细管黏度计(如图A.2)。

A.10.2.7 秒表: 精度0.2 s。

A.10.3 分析步骤

称取折算为干基计的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℃并保持5 min,停止加热,保持搅拌1 h。补充一定体积的水,使溶液质量为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℃±0.5℃用奥斯特瓦尔德毛细管黏度计(或乌别洛特毛细管黏度计)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黏度计状态不定期进行测定)。

单位为毫米

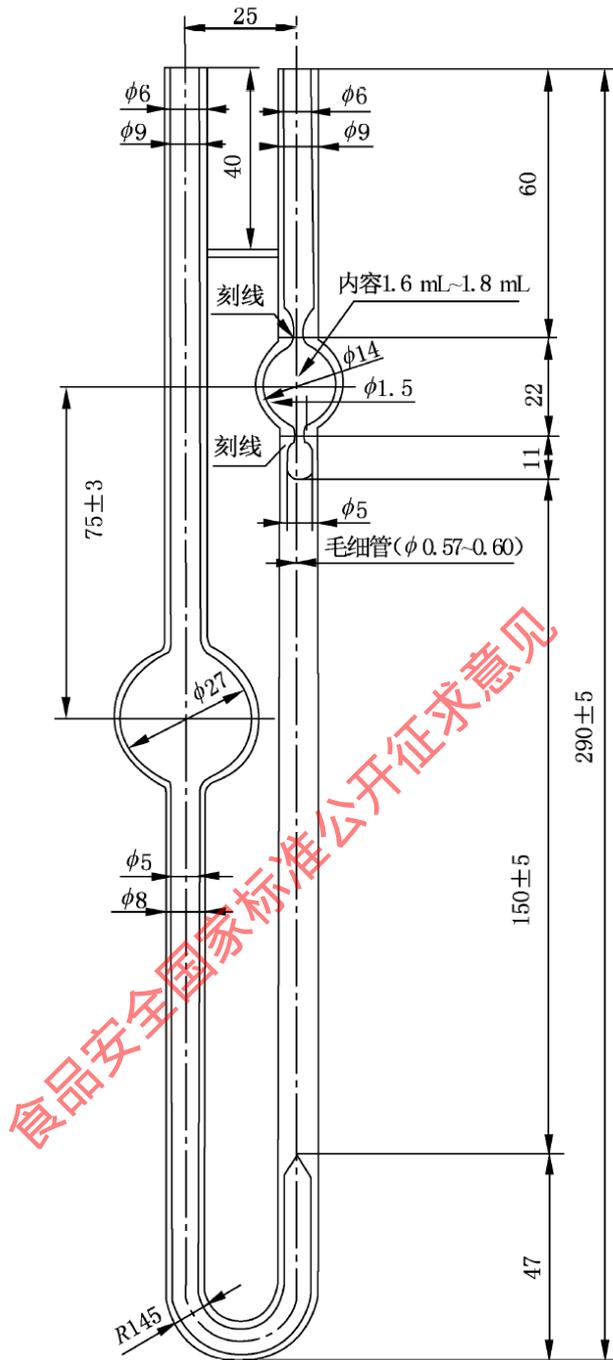
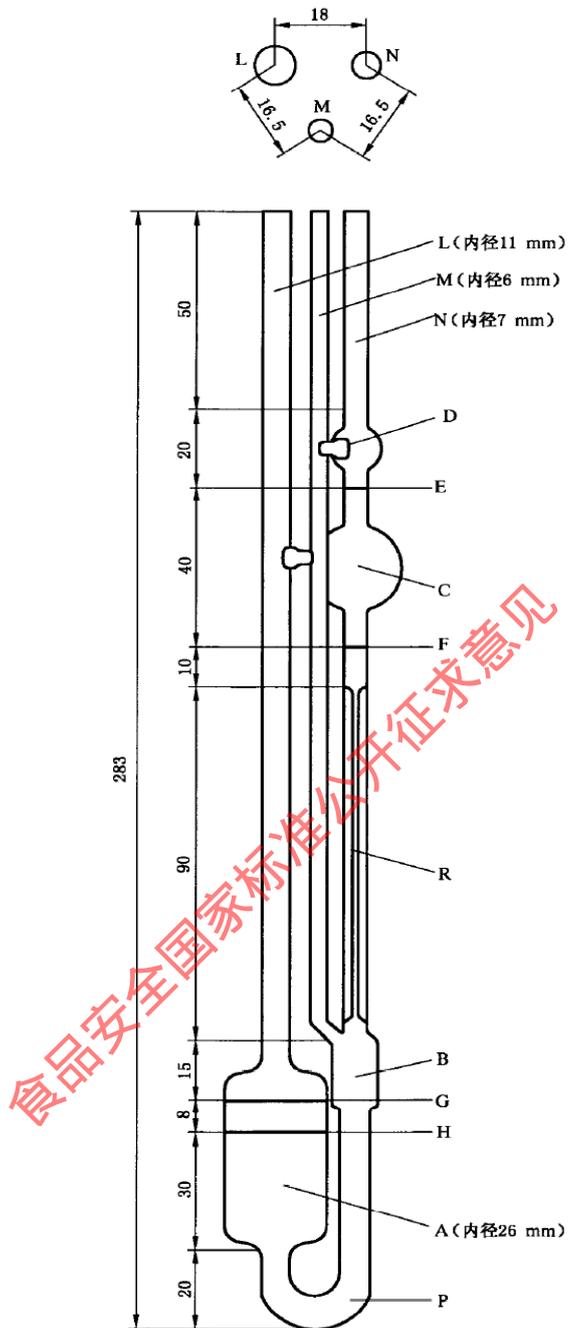


图 A.1 奥斯特瓦尔德毛细管黏度计

单位为毫米



标引序号说明：

E、F——测量刻线。

G、H——注液刻线。

R——毛细管（直径 0.77 mm，具有±2%的相对误差）。

C——C球（容积 4.0 mL，具有±5%的相对误差）。

P——P管（内径 6.0 mm，具有±5%的相对误差）。

图 A.2 乌别洛特毛细管黏度计

A.10.4 结果计算

试样溶液的黏度（4%溶液，20℃） η ，单位为毫帕秒（mPa·s），按式（A.12）计算。

$$\eta = \frac{V_0}{t_0} \times \rho \times t \dots\dots\dots (A.12)$$

式中：

V_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）；

ρ ——按 GB/T 4472—2011 中 4.3.3 的规定测定试样溶液于 20℃ 的密度，单位为克每立方厘米（g/cm³）；

t ——试样溶液的流出时间，单位为秒（s）。

计算两次测定结果的算术平均值，结果保留至小数点后 1 位。

食品安全国家标准公开征求意见

附录 B

聚乙烯醇标准红外光谱图

B.1 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。

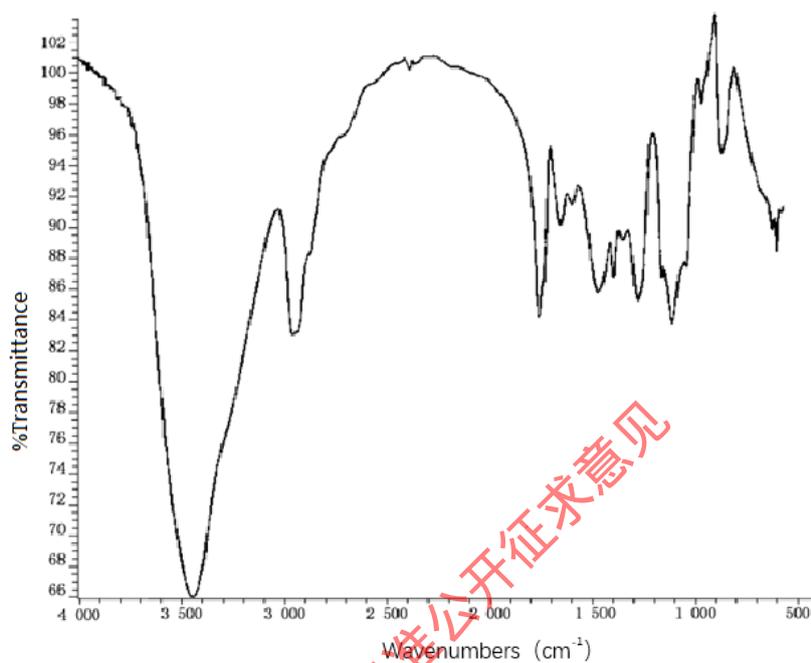


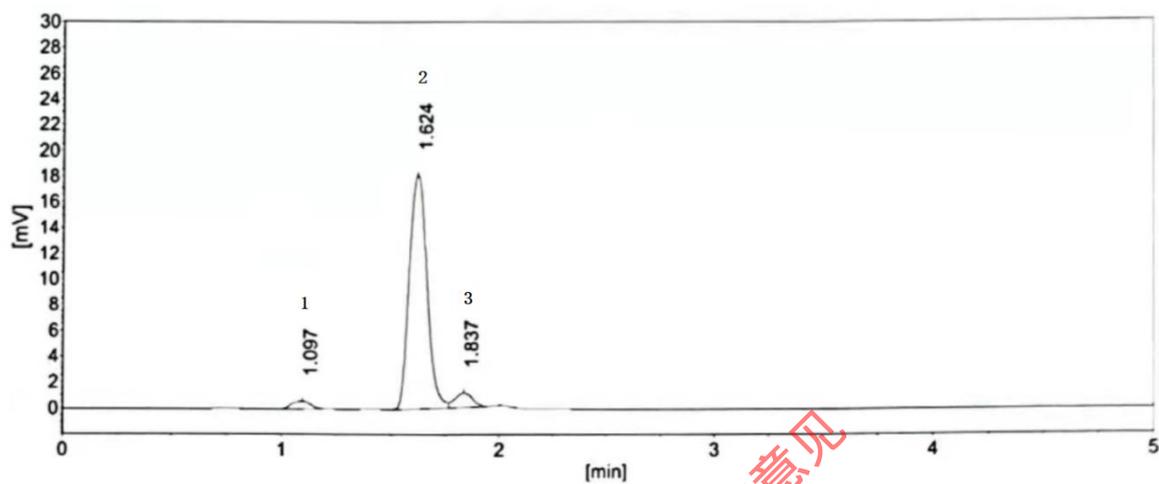
图 B.1 聚乙烯醇标准红外光谱图

附录 C

气相色谱测定甲醇和乙酸甲酯参考谱图

C.1 气相色谱测定甲醇和乙酸甲酯参考谱图

气相色谱测定甲醇和乙酸甲酯参考谱图见图 C.1。



标引序号说明：

1——甲醇；

2——丙酮；

3——乙酸甲酯。

图 C.1 甲醇和乙酸甲酯参考色谱示意图

食品安全国家标准公开征求意见