

《食品安全国家标准 食品添加剂 聚乙烯醇》

(GB 31630—××××)(征求意见稿)编制说明

一、标准起草基本情况

本标准 2020 年完立项(项目编号为: spaq-2020-28), 项目承担单位为中海油天津化工研究设计院有限公司、湖北省食品质量与安全检验检测研究院。2020 年 11 月正式启动, 2021 年 4 月初在线上召开了修标的工作方案会, 会上工作小组进行了认真仔细的讨论, 提出了修订方向, 并修订了工作方案和工作进度。工作方案会后, 起草小组做了各项指标的验证试验。由中海油天津化工研究设计院汇总了各项指标的试验数据, 并对试验数据进行了分析, 确定了各项指标保持不变, 分析方法进行了修改和增补。2021 年 7 月形成草案, 2021 年 8 月由起草组召开了该标准的工作会议(线上会议), 相关生产单位对草案进行讨论, 会后根据会议纪要对标准草案进行修改。2021 年 9 月至 11 月进行行业内征求意见, 2021 年 11 月形成《食品安全国家标准 食品添加剂 聚乙烯醇》征求意见稿及编制说明等相关附件。2022 年 3 月 30-31 日第二届食品安全国家标准审评委员会食品添加剂专业委员会第九次会议审查, 审查结论为“修改后会审”。会后根据修改意见进行了修改。重新送审。2023 年 2 月 27 日第二届食品安全国家标准审评委员会食品添加剂专业委员会第十一次会议标准审查, 审查结论为“审查通过”。会后根据审查意见进行了修改。

二、标准的主要技术内容

(一) 范围

原标准范围: 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。

经过调查, 此部分符合我国实际生产情况, 此次不作修订。

(二) 感官要求

JECFA(2003)中关于聚乙烯醇的外观描述: 无嗅、无色、白色或微黄色颗粒粉末。

FCC12 中描述与 JECFA(2003)一致。

此次修订, 不作修改。

(三) 理化指标项目的设置

2014 版设定的指标项目与 JECFA(2003)一致。GB 31630—2014 设定了以下指标: 鉴别试验、干燥减量、灼烧残渣、水不溶物、粒度、甲醇、乙酸甲酯、酸值、酯化值、水解度、黏度、铅。此次修订对国内生产情况调查, 标准设定合理, 指标值不做调整。仅根据 JECFA 的内容补充了鉴别试验中的溶解性试验。

JECFA(2003)中规定了聚乙烯醇的溶解性(可溶于水, 微溶于乙醇)、pH、红外光谱、颜色反应 A、颜色反应 B、沉淀反应, 共 6 项鉴别试验, 此次修订, 我国标准补充了溶解性鉴别试验内容。

(四) 分析方法的确定

此次修订我国标准, 力求采用国际、国外先进标准, 并且考虑我国实际生产情况增设部

分分析方法。

外观判别：JECFA（2003）没有规定外观的判别方式。我国国标规定为：自然光条件下，目测。

鉴别方法：JECFA（2003）中关于聚乙烯醇的鉴别方法包括溶解性、pH、红外光谱、显色反应（A 和 B）和沉淀反应。此次修订补充了溶解性试验。

干燥减量：JECFA（2003）的方法：105℃温度下干燥 3 小时。本标准采用相同的实验条件进行检验。

灼烧残渣：JECFA（2003）中“ignition”的温度是指 450℃～550℃灼烧，并且没有规定时间。本标准规定我国聚乙烯醇产品检测中通用的灼烧温度 800℃±25℃至恒重。

水不溶物：JECFA（2003）采用方法：样品水溶液用 100 目的玻璃砂坩埚过滤。本标准采用 100 目对应的玻璃砂坩埚进行抽滤，我国玻璃砂坩埚的孔径是一个范围值（滤板孔径约为 100 μm～160 μm），对应牌号为 P160（国际标准编号）G0（原国标编号）。

粒度：JECFA（2003）采用方法：100g 样品用 100 目试验筛筛分 30 分钟。考虑我国的试验条件，分析方法中采用了机械筛分仪。

甲醇和乙酸甲酯：JECFA（2003）采用了气相色谱法测定，本标准 2014 年版与其一致的试验条件，进样方式采用直接进样。此次修订标准过程中，对我国食品添加剂聚乙烯醇生产企业进行调查，反馈是由于气相色谱仪器不同，国内企业采用了中华人民共和国药典中的聚乙烯醇中甲醇和乙酸甲酯的试验方法。本次修订中气相色谱的条件参考了药典进行修改，包括：内标液的配制、甲酸和乙酸甲酯溶液的配制，以及进样方式（顶空进样），毛细柱材质以及升温程序等进行了调整，并以色谱参考条件在标准中给出。2014 年版标准中的计算公式有计算项缺失，此次修订进行了修改。

酸值：JECFA（2003）采用方法：一定试样溶于水后，加热半小时，以氢氧化钾进行滴定，从而定量。本标准采用方法与 JECFA（2003）一致。

酯化值：JECFA（2003）采用方法：一定试样溶于水后，加入一定量的氢氧化钾乙醇溶液，加热反应半小时，以盐酸滴定剩余的氢氧化钾，从而定量。再有皂化值计算出酯化值。本标准采用 JECFA（2003）规定的方法。

水解度：JECFA（2003）中水解度是由于基计的皂化值计算得出水解度。本标准采用 JECFA（2003）计算方法。

黏度：JECFA（2003）中采用了黏度计进行测定，用已知黏度的液体校准黏度计后，测定样品溶液的运动黏度。JECFA（2003）中使用的黏度标准液是动力黏度 η （mPa/s），而我国的黏度标准液是运动黏度 ν （mm²/s）因此需要将运动粘度换算为动力黏度。此外，JECFA（2003）中给出了奥斯特瓦尔德黏度计和乌别洛特黏度计，我国 2014 版标准中只列入了奥氏黏度计，此次修订在黏度测定的“仪器和设备”中补充乌别罗特黏度计。两个黏度计的原理相同，利用相同的黏度标准液校正后，测定相同的物质的运动黏度得到的结果相同。本标准采用 JECFA（2003）的方法，并采用了黏度标准液进行黏度计的参比，得到试样溶液的黏度。编制说明中给出的质量数据是生产单位利用乌别罗特黏度计测定得到的数据。

铅含量：JECFA（2003）中采用了火焰原子吸收法或 ICP 进行测定。GB 5009.12 中的

方法包括了：石墨炉原子吸收光谱法、电感耦合等离子体质谱法、火焰原子吸收光谱法、二硫腈比色法。GB 5009.75 中的方法包括了：二苯基硫巴腈（双硫腈）比色法、石墨炉原子吸收光谱法。本标准采用了 GB 5009.12 或 GB5009.75。

三、国内外相关法规标准情况

目前收集到的国外先进标准有：联合国粮农组织和世界卫生组织（FAO/WHO）食品添加剂联合专家委员会 JECFA（专论 1）—2003《聚乙烯醇》（英文版）（以下简称 JECFA）、美国食品化学品法典第十二版（FCC12）（以下简称 FCC12）《聚乙烯醇》（英文版）。详细国外标准指标对比、方法对比见附表 1、2。

四 其他需要说明的事项

暂无。

食品安全国家标准公开征求意见

附表 1：国外标准指标对比表

项 目	指 标			
	本标准 (修订后)	本标准 2014版	JECFA (2003)	FCC 12
干燥减量 w/% ≤	5.0	5.0	5.0	5.0
灼烧残渣 w/% ≤	1.0	1.0	1.0	1.0
水不溶物 w/% ≤	0.1	0.1	0.1	0.1
粒度 (通过 0.150mm 试验筛) w/% ≤	99.0	99.0	99.0	99.0
甲醇 w/% ≤	1.0	1.0	1.0	1.0
乙酸甲酯 w/% ≤	1.0	1.0	1.0	1.0
酸值 mg KOH/g ≤	3.0	3.0	3.0	3.0
酯化值 mg KOH/g	125~153	125~153	125~153	125~153
水解度%	86.5~89.0	86.5~89.0	86.5~89.0	86.5~89.0
黏度 (4%溶液,20℃) mPa·s	4.8~5.8	4.8~5.8	4.8~5.8	4.8~5.8
铅 (Pb) /(mg/kg) ≤	2.0	2	2	2
pH (40g/L)	5.0~6.5 (鉴别试验)	5.0~6.5 (鉴别试验)	5.0~6.5	5.0~6.5

附表 2：国内外标准分析方法对比表及国标设定

	本标准 (修订后)	本标准 (2014版)	JECFA (2003)	FCC 12
鉴别试验	1pH; 2 红外光谱; 3 显色反应 A; 4 显色反应 B; 5 沉淀反应; 6 溶解性	1pH; 2 红外光谱; 3 颜色反应 A; 4 颜色反应 B; 5 沉淀反应	1 溶解性; 2pH; 3 红外光谱; 4 颜色反应 A; 5 颜色反应 B; 6 沉淀反应	1 颜色反应 A; 2 颜色反应 B; 3 沉淀反应; 4 红外光谱
干燥减量	重量法	重量法	重量法	重量法
灼烧残渣	重量法	重量法	重量法	重量法
水不溶物	重量法	重量法	重量法	重量法
粒度	筛分法	筛分法	筛分法	筛分法
甲醇和乙酸甲酯	气相色谱法	气相色谱法	气相色谱法	气相色谱法
酸值	酸碱滴定法	酸碱滴定法	酸碱滴定法	酸碱滴定法
酯化值	酸碱滴定法	酸碱滴定法	酸碱滴定法	酸碱滴定法
水解度	计算法	计算法	计算法	计算法
黏度	奥斯特瓦尔德毛细管黏度计 乌别罗特毛细管黏度计	奥氏黏度计	奥氏黏度计 乌氏黏度计	奥氏黏度计 乌氏黏度计
铅	GB 5009.75 或 GB 5009.12	GB 5009.12	石墨炉或 ICP	石墨炉或 ICP

食品安全国家标准公开征求意见