



中华人民共和国国家标准

GB ××××—××××

食品安全国家标准

食品添加剂 聚乙二醇

(征求意见稿)

201×-××-××发布

201×-××-××实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

食品安全国家标准

食品添加剂 聚乙二醇

1 范围

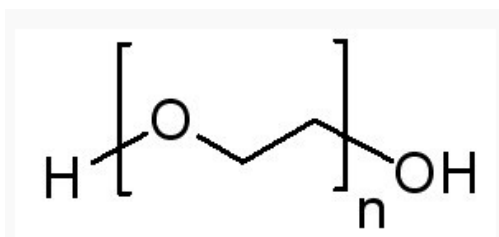
本标准适用于环氧乙烷和水缩聚而制得的食品添加剂聚乙二醇。

2 化学名称、结构式、分子式和相对分子质量

2.1 化学名称

α-氢-ω-羟基（氧-1,2-乙二基）聚合物

2.2 结构式



2.3 分子式

$H(OCH_2CH_2)_nOH$

2.4 相对分子质量

200~9500（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规定。

表1 感官要求

项 目	要 求	检验方法
色泽	无色透明（分子量 700 以下）；半透明（分子量 700-900）；白色（分子量 1000 以上）	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下观察其色泽和状态
状态	液体（分子量 700 以下）；液体或蜡状软膏（分子量 700-900）；蜡状固体薄片或颗粒状粉末（分子量 1000 以上）	

3.2 理化指标

理化指标应符合表2规定。

表2 理化指标

项 目	指 标	检验方法
平均分子量	分子量在 1000 以下：分子量变动范围在 95%-105%之间；分子量在 1000-7000 之间，分子量变动范围在 90%-110%；分子量 7000 以上，分子量变动范围在 87.5%-112.5%。	附录 A 中 A.3
pH 值（5%水溶液）	4.5~7.5	附录 A 中 A.4
黏度	指标见表 A.1	附录 A 中 A.5
酸值（以乙酸计）,w /%	≤ 0.05	附录 A 中 A.6
环氧乙烷,w /%	≤ 0.02	附录 A 中 A.7
二氧六环,w /%	≤ 0.001	附录 A 中 A.7
乙二醇和二甘醇总量,w /%	≤ 0.25	附录 A 中 A.8
炽灼残渣（硫酸盐）,w /%	≤ 0.2	附录 A 中 A.9
铅（Pb） /（mg/kg）	≤ 1.0	GB 5009.12
总砷（以 As 计） /（mg/kg）	≤ 1.0	GB 5009.11

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—2008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、GB/T 603的规定制备。实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 试剂和材料

A.2.1.1 稀盐酸：量取盐酸234 mL，加水稀释至1000 mL。

A.2.1.2 氯化钡试液：称取氯化钡的细粉5 g，加水使溶解成100 mL。

A.2.1.3 10%磷钼酸。

A.2.1.4 硫氰酸钾。

A.2.1.5 硝酸钴。

A.2.1.6 二氯甲烷。

A.2.2 鉴别方法

A.2.2.1 称取0.05 g试样，加稀盐酸5 mL和氯化钡试液1 mL，振摇，滤过；在滤液中加入10%磷钼酸溶液1 mL，产生黄绿色沉淀。

A.2.2.2 称取0.1 g试样，置试管中，加入硫氰酸钾和硝酸钴各0.1 g，混合后，加入二氯甲烷5 mL，溶液呈蓝色。

A.3 平均分子量的测定

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 邻苯二甲酸酐。

A.3.1.2 吡啶。

A.3.1.3 氢氧化钾标准滴定溶液（0.5 mol/L）。

A.3.1.4 酚酞。

A.3.2 分析步骤

取精密称量的聚乙二醇样品，其质量约为预期平均分子量的1/160，置干燥的250 mL具塞锥形瓶中。固体样品加入无水吡啶溶液25 mL，微温使溶解后，精密加邻苯二甲酸酐的吡啶溶液（取邻苯二甲酸酐49 g，溶于无水吡啶300 mL中，小心摇动至溶解，放置过夜，备用）25.0 mL；液体样品直接精密加邻苯二甲酸酐的吡啶溶液25.0 mL；摇匀，置沸水浴中，加热30 min~60 min，取出冷却，精密加入氢氧化钾滴定液（0.5 mol/L）50 mL，以酚酞的吡啶溶液（1 g/100 mL）为指示剂，用氢氧化钾滴定液（0.5 mol/L）滴定到初次出现粉红色，持续15 s不褪色，记录消耗的滴定液的体积，记做S。用同样方法以25.0 mL的邻苯二甲酸酐的吡啶溶液做空白测定，记录消耗的滴定液的体积，记做B。

A.3.3 结果计算

样品中聚乙二醇的平均分子量（ M ）按式（A.1）计算：

$$M = \frac{2000 \times m}{c \times (B - S)} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

m ——称量样品的质量，单位为克（g）；

B ——空白所消耗的氢氧化钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

S ——样品所消耗的氢氧化钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c ——氢氧化钠溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

2000——常数，理解为聚乙二醇和氢氧化钠的摩尔反应系数 2×1000 （毫升和升的单位转换系数）。

A.4 pH值的测定

称取本品 1.0 g，加水 20 mL 溶解后，摇匀。按 GB/T 6368 规定方法测定。

A.5 黏度的测定

A.5.1 仪器和设备

见图 A.1

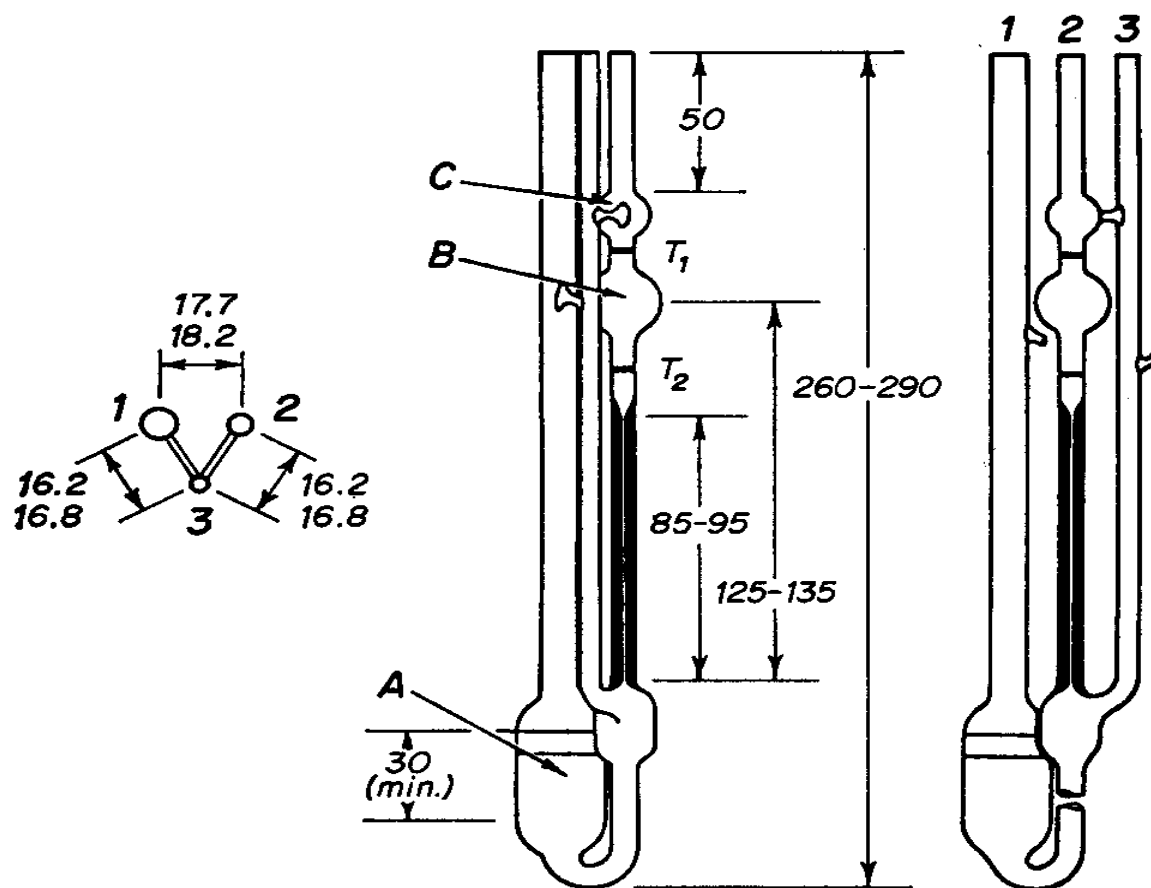


图 A.1 乌氏黏度计示意图（尺寸以 mm 计）

A.5.2 测试方法

用乌氏黏度计测定运动黏度。取符合要求的乌氏黏度计（校准并附有黏度计常数，样品流出时间不少于 200 s，如测量黏度 $300 \text{ mm}^2/\text{s} \sim 600 \text{ mm}^2/\text{s}$ 的样品，选用黏度计毛细管内径应为 $2.00 \text{ mm} \pm 0.04 \text{ mm}$ ）1 支，将聚乙二醇样品（不得少于 7 mL）沿洁净、干燥乌氏黏度计的管 1 内壁注入球 A 中，将黏度计垂直固定于恒温浴（本实验为 $100 \text{ }^\circ\text{C} \pm 0.3 \text{ }^\circ\text{C}$ ）中，并使液面高于球 C，放置 15 min 后，将管口 2、3 各接一乳胶管，夹住管口 3 的胶管，自管口 2 处抽气，使样品的液面缓缓升至球 C 的中部（此过程中要排除气泡），先开放管口 3，再开放管口 1，使样品在管内自然下落，用秒表准确记录液面自测定线 T_1 下降至测定线 T_2 处的流出时间，记

做 t 。

A.5.3 结果计算

聚乙二醇样品的运动黏度 (ν) 按式 (A.2) 计算:

$$\nu = K \times t \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

K ——用已知黏度的标准液测得的黏度计常数, 单位为平方毫米每平方秒 (mm^2/s^2);

t ——测得的流出时间, 单位为秒 (s)。

所测得的结果必须符合表 (A.1) 的规定 (未列出分子量聚乙二醇的黏度可通过内插法计算得到):

表 A.1 不同分子量聚乙二醇粘度范围 (100 °C \pm 0.3 °C)

平均分子量	运动黏度 (mm^2/s)	平均分子量	运动黏度 (mm^2/s)
200	3.9~4.8	2400	49~65
300	5.4~6.4	2500	51~70
400	6.8~8.0	2600	54~74
500	8.3~9.6	2700	57~78
600	9.9~11.3	2800	60~83
700	11.5~13.0	2900	64~88
800	12.5~14.5	3000	67~93
900	15.0~17.0	3250	73~105
1000	16.0~19.0	3350	76~110
1100	18.0~22.0	3500	87~123
1200	20.0~24.5	3750	99~140
1300	22.0~27.5	4000	110~158
1400	24~30	4250	123~177
1450	25~32	4500	140~200
1500	26~33	4750	155~228
1600	28~36	5000	170~250
1700	31~39	5500	206~315
1800	33~42	6000	250~390
1900	35~45	6500	295~480
2000	38~49	7000	350~590
2100	40~53	7500	405~735
2200	43~56	8000	470~900
2300	46~60		

A.6 酸值的测定

A.6.1 试剂和材料

A.6.1.1 乙醇。

A.6.1.2 酚酞。

A.6.1.3 乙醇氢氧化钾滴定液 (0.1 mol/L)。

A.6.2 测定方法

取6.0 g聚乙二醇样品于250 mL锥形瓶中, 加入50 mL中性乙醇溶解, 滴加酚酞指示剂 (0.5%酚酞乙醇

溶液)后用0.1 mol/L氢氧化钾乙醇滴定液滴定至显粉红色,持续15 s不褪色,记录消耗滴定液体积,不得超过0.5 mL。

A.7 环氧乙烷和二氧六环的测定

A.7.1 试剂和材料

A.7.1.1 乙醛。

A.7.1.2 环氧乙烷。

A.7.1.3 二氧六环对照品。

A.7.1.4 氯化镁。

A.7.1.5 无水乙醇。

A.7.1.6 乙醇盐酸滴定液(0.1 mol/L)。

A.7.1.7 乙醇氢氧化钾滴定液(0.1 mol/L)。

A.7.2 仪器和设备

A.7.2.1 气相色谱仪:配有顶空进样器及氢火焰离子化检测器(FID)。

A.7.2.2 振荡器。

A.7.3 参考色谱条件

A.7.3.1 色谱柱:聚二甲基硅氧烷为固定液的毛细管柱,或其它等效色谱柱。

A.7.3.2 载气:氮气,柱流量为1.0 mL/min,分流比为10:1。

A.7.3.3 温度:起始温度为35 °C,保持5 min,以5 °C/min的速率升至180 °C,再以30 °C/min的速率升至230 °C,保持5 min(可根据具体情况调整)。进样口温度为150 °C,检测器温度为250 °C。顶空瓶平衡温度为70 °C,平衡时间为45 min。

A.7.4 分析步骤

A.7.4.1 环氧乙烷对照品贮备液的制备

量取环氧乙烷300 μ L(相当于0.25 g环氧乙烷),置含50 mL经过处理的聚乙二醇400(以60 °C, 1.5~2.5kPa旋转蒸发6 h,除去挥发性成分)的100 mL量瓶中,加入相同溶剂稀释至刻度,摇匀,作为环氧乙烷对照品贮备液。精密称取1 g冷的环氧乙烷对照品贮备液,置含40 mL经过处理的聚乙二醇400的50 mL量瓶中,加相同溶剂稀释至刻度。精密称取10 g,置含30 mL水的50 mL量瓶中,加水稀释至刻度。精密量取10 mL,置50 mL量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,作为环氧乙烷对照品溶液(约2 μ g/mL)。

A.7.4.2 环氧乙烷对照品贮备液的标定

取50%氯化镁的无水乙醇混悬液10 mL,精密加入20 mL乙醇盐酸滴定液(0.1 mol/L)混匀,放置过夜。取5 g环氧乙烷对照品贮备液,精密称定,置上述溶液中,放置30 min,照电位滴定法,用乙醇氢氧化钾滴定液(0.1 mol/L)滴定,以电极电位突跃为滴定终点,并将滴定的结果用空白试验校正,每1 mL乙醇氢氧化钾滴定液相当于4.404 mg的环氧乙烷,计算,即得环氧乙烷对照品贮备液的浓度。

A.7.4.3 二氧六环对照品溶液制备

精密称取二氧六环适量,用水制成每1 mL中含0.1 mg的溶液,作为二氧六环对照品溶液(100 μ g/mL)。

A.7.4.4 系统适应性试验

量取0.5 mL环氧乙烷对照品溶液置顶空瓶中,加入新鲜配制的0.001%乙醛溶液0.1 mL及二氧六环对照品溶液0.1 mL,密封,摇匀,作为系统适用性试验溶液。色谱检查结果满足:乙醛峰和环氧乙烷峰之间的分离度不小于2.0,二氧六环峰高应为基线噪音的5倍以上。

A.7.4.5 测定

测试方法:取本品1.0 g,精密称定,置顶空瓶中,精密加入超纯水1.0 mL,密封,摇匀,作为供试品溶液。精密称取本品1.0 g,置顶空瓶中,精密加入0.5 mL环氧乙烷对照品溶液及0.5 mL二氧六环对照品溶液,密封,摇匀,作为对照品溶液。分别取供试品溶液及对照品溶液顶空进样,记录色谱图,按峰面积定

量。重复进样至少3次，环氧乙烷峰面积的相对标准偏差不得超过15%，二氧六环峰面积的相对标准偏差不得超过10%。

A.7.4.6 结果计算

聚乙二醇样品中环氧乙烷和二氧六环的含量 (W_i) 按式 (A.3) 计算:

$$W_i = \frac{m_i}{(A_{is} / A_i - 1) \times m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

m_i ——所加入的已知含量的待测组分*i*的对照品质量, 单位为克 (g);

A_i ——供试品中组分*i*的色谱峰面积;

A_{is} ——加入对照品后组分*i*的色谱峰面积;

m ——供试品的质量, 单位为克 (g)。

A.8 乙二醇和二甘醇总量的测定

A.8.1 平均分子量低于450的聚乙二醇样品中的乙二醇和二甘醇总量的测定

A.8.1.1 试剂和材料

A.8.1.1.1 乙二醇 (色谱纯)。

A.8.1.1.2 二甘醇 (色谱纯)。

A.8.1.2 仪器和设备

A.8.1.2.1 气相色谱仪: 配有氢火焰离子化检测器 (FID)。

A.8.1.2.2 振荡器。

A.8.1.3 参考色谱条件

A.8.1.3.1 色谱柱: 填充不锈钢柱3 mm×1.5 m色谱柱由承载12%山梨醇的未经处理的硅藻土填充, 或其它等效色谱柱。

A.8.1.3.2 载气: 氮气或其他适合的惰性气体。

A.8.1.3.3 温度: 柱温保持在160 °C, 进样口温度保持在260 °C, 检测器温度保持在280 °C。

A.8.1.4 分析步骤

A.8.1.4.1 标准溶液制备: 取乙二醇与二甘醇各50 mg, 置100 mL容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 作为对照溶液。

A.8.1.4.2 供试液制备: 精确称量供试品4.0 g, 置10 mL容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 作为供试品溶液。

A.8.1.4.3 测定

将1.0 μL标准液进样, 记录其色谱图, 调整操作条件使灵敏度最佳化。测定第一色谱峰 (乙二醇) 和第二色谱峰 (二甘醇) 的峰高。将1.0 μL供试液进样, 在同样操作条件下记录其色谱图, 测定第一色谱峰和第二色谱峰的峰高。

A.8.1.4.4 结果计算

聚乙二醇样品中乙二醇和二甘醇的百分含量 (W_i) 按式 (A.4) 计算:

$$W_i = \frac{h_i \times C_i \times V}{H_i \times m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

C_i ——标准溶液中组分*i*的浓度, 单位为克每毫升 (g/mL);

h_i ——供试液组分*i*的峰高;

H_i ——标准液组分*i*的峰高；

V ——供试液定容体积，单位为毫升（mL）；

m ——为供试品的质量，单位为克（g）。

A. 8. 2 平均分子量高于450低于1000的聚乙二醇样品中的乙二醇和二甘醇总量的测定

A. 8. 2. 1 试剂和材料

A. 8. 2. 1. 1 硝酸：0.25 mol/L。

A. 8. 2. 1. 2 硝酸铯铵溶液：将6.25 g硝酸铯铵溶于100 mL 0.25 mol/L的硝酸溶液，配置后3天内使用。

A. 8. 2. 1. 3 乙腈（色谱级）。

A. 8. 2. 1. 4 二甘醇（色谱级）。

A. 8. 2. 1. 5 二苯醚。

A. 8. 2. 2 仪器和设备

A. 8. 2. 2. 1 蒸馏瓶。

A. 8. 2. 2. 2 分光光度计。

A. 8. 2. 3 分析步骤

A. 8. 2. 3. 1 标准液的制备：将62.5 mg二甘醇置于25 mL容量瓶中，并用新蒸馏的乙腈和水等体积混合的溶液溶解二甘醇并稀释至刻度，混匀。

A. 8. 2. 3. 2 供试液的制备：在250 mL蒸馏瓶中，将50.0 g聚乙二醇溶于75 mL二苯醚。如遇到结晶，可预热溶液使结晶溶解。在1 mm~2 mm汞柱的压力下缓慢蒸馏，蒸馏液收集到有1 mL刻度的100 mL接收容器中，直至收集到25 mL蒸馏液后蒸馏停止。向蒸馏液中加入20.0 mL水，用力振荡，再静置分层，冰浴该混合物使二苯醚凝固并分离固液两相。过滤分离得到的水层，收集滤液。用5.0 mL冰水洗涤二苯醚，过滤洗涤液并收集。将滤液和洗涤液混合入一个25 mL容量瓶，加水稀释至刻度，摇匀，如有必要，可将溶液加热至室温。在有玻璃塞的125 mL锥形瓶中，将该溶液与25.0 mL新蒸馏的乙腈混合均匀。

A. 8. 2. 3. 3 测定

分别移取10.0 mL标准液和供试液到装有15.0 mL的硝酸铯铵溶液的50 mL烧瓶中，混匀。2 min~5 min内，使用1 cm比色皿，在最大吸收波长450 nm处同时测定两种溶液的吸光度，空白对照为含15.0 mL的硝酸铯铵溶液和10.0 mL新蒸馏的乙腈与水等体积的混和溶液。供试品的吸光度不应超过标准溶液，即乙二醇和二甘醇的总含量不应超过0.25%。

A. 9 炽灼残渣的测定

A. 9. 1 试剂和材料

硫酸。

A. 9. 2 测试方法

取供试品5.0 g，置已炽灼至恒重的坩埚中（坩埚灰化前恒重质量 m_1 ），精密称定，缓缓炽灼至完全炭化，放冷；加硫酸0.5~1 mL使湿润，低温加热至硫酸蒸气除尽后，在700 °C~800 °C炽灼使完全灰化，移置干燥器内，放冷，精密称定后，再在700 °C~800 °C炽灼至恒重（坩埚灰化后恒重质量 m_2 ），即得。

A. 9. 3 结果计算

炽灼残渣的质量分数 w 按式(A.5)计算：

$$w = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.5)$$

式中：

m_2 ——坩埚灰化后的恒重质量，单位为克（g）；

m_1 ——坩埚灰化前的恒重质量，单位为克（g）；

m ——供试品的质量，单位为克（g）。