



中华人民共和国国家标准

GB 31629—2014

食品安全国家标准

食品添加剂 聚丙烯酰胺

2014-12-24 发布

2015-05-24 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 聚丙烯酰胺

1 范围

本标准适用于以丙烯酰胺为主要原料生产的食品添加剂聚丙烯酰胺。

2 技术要求

2.1 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	白色或微黄色	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	颗粒或粉末	

2.2 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
固含量(w)/%	\geq 90.0	附录 A 中 A.4
丙烯酰胺单体(以干基计, w)/%	\leq 0.025	A.5
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq 3	GB 5009.12
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	\leq 3	GB/T 5009.11 或 GB/T 5009.76
溶解时间/min	\leq 90	A.6
不溶物(w)/%	\leq 0.3	A.7

附 录 A

检验方法

A.1 警示

本标准的检验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时应采取适当的安全和防护措施。

A.2 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 602 和 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.3 鉴别试验

用红外吸收光谱法,将试样谱图与标准谱图(见图 B.1)比较,两者应基本一致,且在波数 $3\ 380\text{ cm}^{-1}$ 、 $1\ 660\text{ cm}^{-1}$ (酰胺)、 $1\ 610\text{ cm}^{-1}$ 、 $1\ 460\text{ cm}^{-1}$ 和 $1\ 130\text{ cm}^{-1}$ 附近有特征吸收峰。

A.4 固含量的测定

A.4.1 方法提要

在一定温度下,将试样置于电热干燥箱内烘干至质量恒定。

A.4.2 仪器和设备

A.4.2.1 电热干燥箱:温度能控制为 $120\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

A.4.2.2 称量瓶($\phi\ 40\text{ mm}\times 30\text{ mm}$)或铝盘。

A.4.3 分析步骤

用预先于 $120\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的称量瓶称取约 1 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于电热干燥箱中,在 $120\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

A.4.4 结果计算

固含量以质量分数 ω_1 计,按式(A.1)计算:

$$\omega_1 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

m_1 ——干燥后试样与称量瓶质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——称量瓶质量的数值,单位为克(g);

m ——试样的质量的数值,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%。

A.5 丙烯酰胺单体含量(以干基计)的测定

A.5.1 方法提要

试样中丙烯酰胺经溶剂提取净化后,用高效液相色谱仪(紫外检测器)检测,外标法定量。

A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 水:符合 GB/T 6682 规定的一级水。

A.5.2.2 丙烯酰胺标准样品:纯度 $\geq 99.5\%$ 。

A.5.2.3 乙醇:色谱纯。

A.5.2.4 甲醇:色谱纯。

A.5.2.5 磷酸二氢钾溶液:20 mmol/L。称取 2.72 g 磷酸二氢钾,溶于水,当完全溶解后,用磷酸调节 pH 到 3.8。全部转移至 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

A.5.2.6 游离单体萃取液:量取 540 mL 异丙醇、450 mL 水和 10 mL 乙醇混合,置于 1 000 mL 试剂瓶中保存。此溶液为溶液 A。量取 740 mL 异丙醇、250 mL 水和 10 mL 乙醇混合,置于 1 000 mL 试剂瓶中保存。此溶液为溶液 B。

A.5.2.7 微孔滤膜:0.45 μm 。

A.5.3 仪器和设备

A.5.3.1 高效液相色谱仪:配备紫外检测器。

A.5.3.2 机械振荡器。

A.5.4 参考色谱条件

A.5.4.1 流动相:磷酸二氢钾溶液+甲醇=85+15(体积比)。

A.5.4.2 色谱柱:反相 C_{18} 柱,150 mm \times 4.6 mm,填充颗粒直径 3 μm 。

A.5.4.3 流速:1.0 mL/min。

A.5.4.4 柱温:20 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.5.4.5 进样量:10 μL 。

A.5.4.6 波长:205 nm。

A.5.5 分析步骤

A.5.5.1 标准溶液的制备

称取 1 g 丙烯酰胺标准样品,精确至 0.000 2 g,置于 10 mL 烧杯中,加入水使其完全溶解,定量转移至 100 mL 容量瓶中,再用水稀释至刻度,摇匀。该溶液为 10 mg/mL 丙烯酰胺溶液。

用移液管移取 10 mg/mL 的丙烯酰胺溶液 0.1 mL、0.2 mL、0.4 mL、0.5 mL、1.0 mL,分别置于 100 mL 容量瓶中用水稀释至刻度,该溶液分别为 0.01 mg/mL、0.02 mg/mL、0.04 mg/mL、0.05 mg/mL、0.1 mg/mL 的丙烯酰胺标准样品溶液。色谱分析前用微孔滤膜过滤。

A.5.5.2 试样溶液的制备

称取约 2 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于已干燥的 50 mL 磨口锥形瓶中。用移液管移取 10 mL 的溶液 A 浸泡试样,振荡 40 min,然后加入 10 mL 的溶液 B,继续振荡 40 min。色谱分析前用微孔滤膜

过滤。

A.5.5.3 测定

在规定色谱条件下,取标准溶液和试样溶液各 10 μL 分别注入液相色谱仪,以丙烯酰胺保留时间定性,外标法峰面积定量。标准液相色谱图见图 B.2。

A.5.5.4 结果计算

丙烯酰胺含量以质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{c \times V}{m \times w_1 \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

- c ——外标法得出的试液中丙烯酰胺实际浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V ——试样定容体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样质量,单位为克(g);
- w_1 ——固含量的质量分数,%;
- 1 000 ——换算因子。

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 5%。

A.6 溶解时间的测定

A.6.1 方法提要

随着试样的不断溶解,溶液的电导值不断增大。全部溶解后,电导值恒定。一定量的试样在一定量水中溶解时,电导值达到恒定所需时间,为试样的溶解时间。

A.6.2 仪器和设备

- A.6.2.1 电导仪:测量范围 0.01 $\mu\text{S}/\text{cm}$ ~ $10^6 \mu\text{S}/\text{cm}$ 。
- A.6.2.2 恒温槽:温度能控制为 $30 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ 。
- A.6.2.3 电磁搅拌器:具有加热和控温装置,配有长度为 3cm 的搅拌子。

A.6.3 分析步骤

将盛有 100 mL 水和搅拌子的 200 mL 烧杯放入电磁搅拌器上的恒温槽中。将电导仪的电极插入烧杯,与烧杯壁距离 5 mm~10 mm,与搅拌子距离约 5 mm。开动电磁搅拌,调节液面漩涡深度约 20 mm。打开加热装置,使恒温槽温度升至 $30 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$,恒温 10 min~15 min。

称取 $0.040 \text{ g} \pm 0.002 \text{ g}$ 试样,由漩涡上部加入至烧杯中。当溶液电导值 3 min 内无变化时,停止试验。

A.6.4 结果计算

从加入试样至电导值开始恒定的时间为溶解时间。

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 5 min。

A.7 不溶物含量的测定

A.7.1 仪器和设备

A.7.1.1 试验筛： $\phi 200 \times 50-0.125/0.09$ GB/T 6003.1—2012。

A.7.1.2 电磁搅拌器。

A.7.2 分析步骤

称取约 1.0 g 试样，精确至 0.01 g，将其缓缓加入盛有 200 mL 水并已开动搅拌的 200 mL 烧杯中。保持漩涡深度约 4 cm，常温下溶解 2 h。用事先经丙酮洗涤两次并干燥恒量的不锈钢网过滤该溶液，过滤后，将不锈钢网连同不溶物在 $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒量。

A.7.3 结果计算

不溶物含量以质量分数 w_3 计，按式(A.3)计算：

$$w_3 = \frac{m_2 - m_1}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

m_2 ——不锈钢网加不溶物总质量的数值，单位为克(g)；

m_1 ——不锈钢网质量的数值，单位为克(g)；

m_0 ——试样的质量的数值，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 0.02%。

附 录 B

聚丙烯酰胺标准红外光谱图和丙烯酰胺标准液相色谱图

聚丙烯酰胺标准红外光谱图见图 B.1。

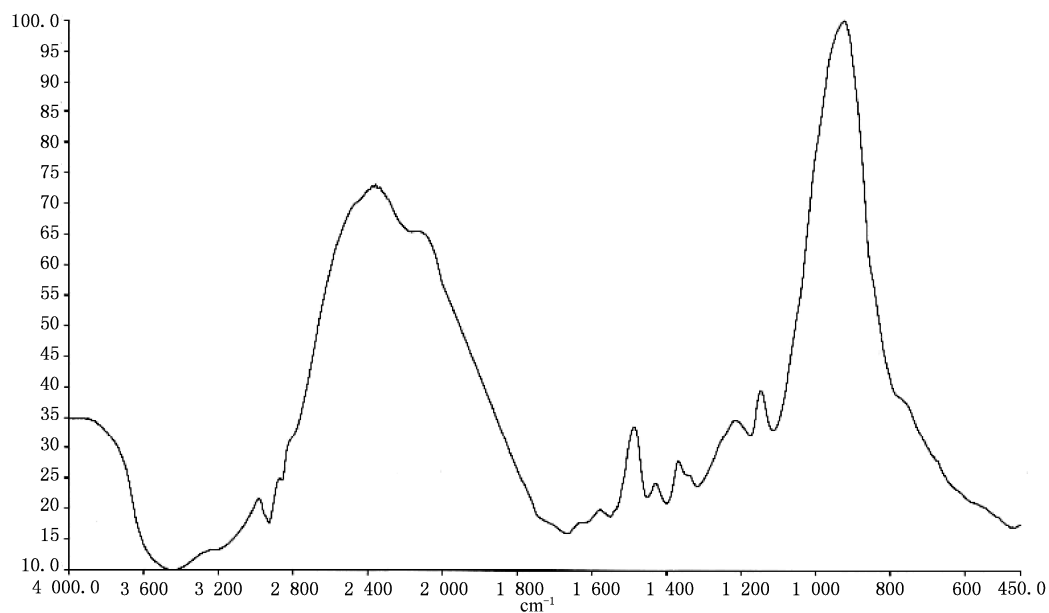


图 B.1 聚丙烯酰胺标准红外光谱图

丙烯酰胺标准液相色谱图见图 B.2。

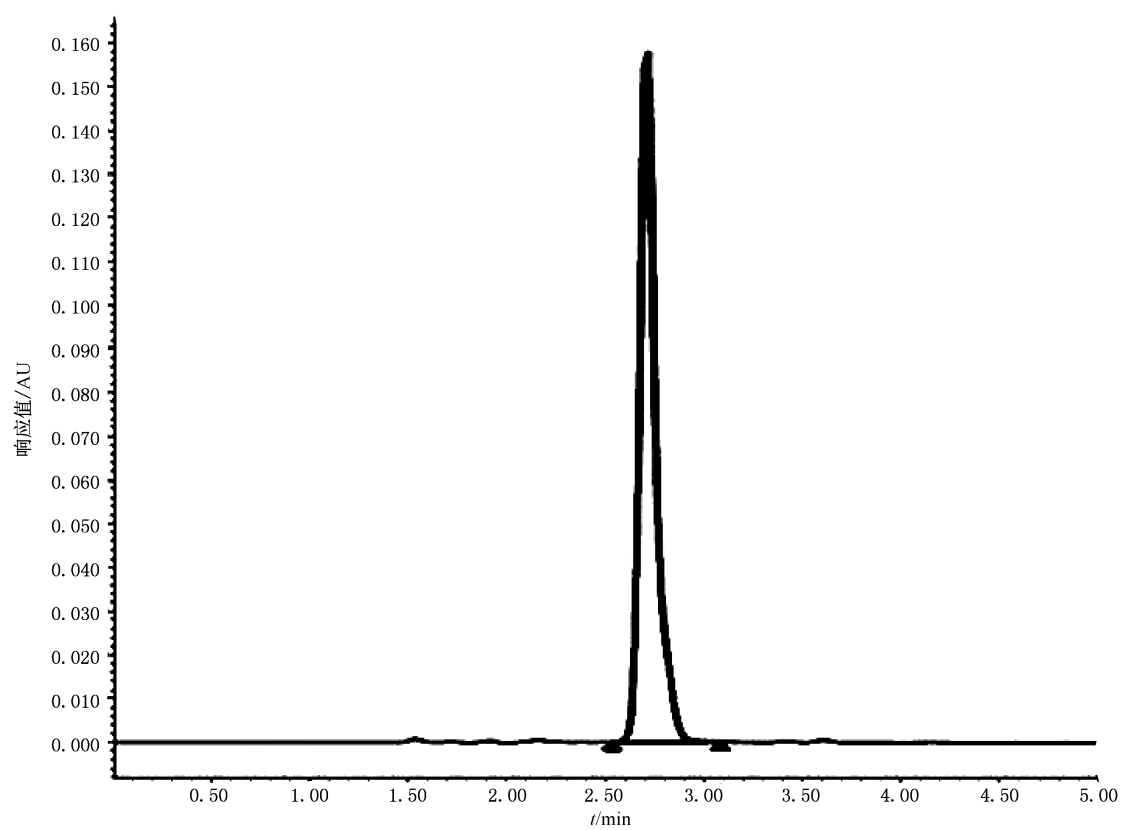


图 B.2 丙烯酰胺标准液相色谱图