



中华人民共和国国家标准

GB 1886.225—2016

食品安全国家标准 食品添加剂 乙氧基喹

2016-08-31 发布

2017-01-01 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 乙氧基喹

1 范围

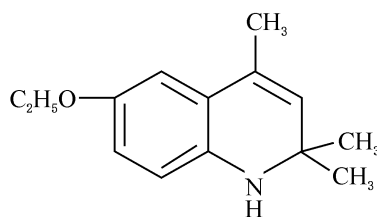
本标准适用于以对氨基苯乙醚和丙酮为原料,在催化剂和加热反应条件下制得的食品添加剂乙氧基喹。

2 化学名称、结构式、分子式和相对分子质量

2.1 化学名称

6-乙氧基-1,2-二氢化-2,2,4-三甲基喹啉

2.2 结构式



2.3 分子式

$C_{14}H_{19}NO$

2.4 相对分子质量

217.31(按 2011 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	淡黄色至琥珀色,在光、空气中长久放置后逐渐变成暗棕色	取适量样品置于清洁、干燥的比色管中,在自然光线下,观察其色泽和状态
状态	黏稠液体	

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
乙氧基喹, $w/\%$	\geq 98.0	附录 A 中 A.3
对氨基苯乙醚, $w/\%$	\leq 0.2	附录 A 中 A.4
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq 2.0	GB 5009.12
砷(As)/(mg/kg)	\leq 2.0	GB 5009.76

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 规定的三级水。试验中所用标准溶液、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和 GB/T 603 的规定制备。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.2 鉴别试验

将试样 1 mg 溶解在 10 mL 乙腈中,并在紫外灯下观察,能显示出强烈的荧光。

A.3 乙氧基喹的测定

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 冰乙酸。

A.3.1.2 甲基紫指示液:10 g/L。称取 1 g 甲基紫,用适量的冰乙酸溶解,转入 100 mL 容量瓶中,用冰乙酸定容。

A.3.1.3 高氯酸标准滴定溶液: $c(\text{HClO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.3.1.4 乙酸酐。

A.3.2 分析步骤

称取约 0.2 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于清洁干燥的锥形瓶中,加入 50 mL 冰乙酸使之溶解,再加入 1 mL 乙酸酐混合均匀,加 2 滴甲基紫指示液,用高氯酸标准滴定溶液滴定至绿色即为终点。

同时进行空白试验。

A.3.3 结果计算

乙氧基喹的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{(V - V_0) \times c \times M}{1\,000 \times m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(\text{A.1})$$

式中:

V —— 试样消耗高氯酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 —— 空白试验消耗高氯酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

c —— 高氯酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M —— 乙氧基喹的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{C}_{14}\text{H}_{19}\text{NO})=217.31$];

1 000 —— 体积换算系数;

m —— 试样的质量,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.4%。

A.4 对氨基苯乙醚的测定

A.4.1 方法提要

用气相色谱法,在选定的工作条件下,使试样气化后各组分得到分离,用氢火焰检测器检测,采用外标法定量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 无水乙醇。

A.4.2.2 氮气:质量分数 $\geq 99.99\%$ 。

A.4.2.3 邻苯二甲酸二乙酯内标溶液:100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。称取 1 g 邻苯二甲酸二乙酯,精确至 0.000 1 g,以少量无水乙醇溶解,转入容量瓶中,无水乙醇定容到 100 mL。

A.4.2.4 对氨基苯乙醚标准溶液:10 mg/mL 。称取约 0.05 g 对氨基苯乙醚(纯度 $\geq 99\%$),精确至 0.000 1 g,于具塞玻璃小瓶中,加入用移液管移取的 5 mL 邻苯二甲酸二乙酯内标溶液(A.4.2.3),盖好瓶塞,摇匀。

A.4.2.5 试样溶液:60 mg/mL 。称取约 0.3 g 试样,精确至 0.000 1 g,于具塞玻璃小瓶中,加入用移液管移取的 5 mL 邻苯二甲酸二乙酯内标溶液(A.4.2.3),盖好瓶塞,摇匀。

A.4.3 仪器和设备

A.4.3.1 气相色谱仪:配备氢火焰离子化检测器。

A.4.3.2 微量注射器。

A.4.4 色谱柱及操作条件

本标准推荐的色谱柱和色谱操作条件见表 A.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱及色谱操作条件也可使用。

表 A.1 推荐的色谱柱及色谱操作条件

项 目	参 数
色谱柱	5%苯基-甲基聚硅氧烷
柱长 \times 柱内径 \times 膜厚	30 m \times 0.32 mm \times 0.25 μm
柱温度/ $^{\circ}\text{C}$	初温 60 $^{\circ}\text{C}$,以 10.0 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升至 200 $^{\circ}\text{C}$,保持 6 min,再以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升至 280 $^{\circ}\text{C}$,保持 10min
气化室温度/ $^{\circ}\text{C}$	240
检测器温度/ $^{\circ}\text{C}$	280
载气	氮气
流速/(mL/min)	40

A.4.5 分析步骤

待仪器稳定后,注入数针标准溶液,直至相邻两针的峰面积之比基本稳定,按下列顺序分析:

a) 对氨基苯乙醚标准溶液(A.4.2.4);

- b) 试样溶液(A.4.2.5);
 c) 试样溶液(A.4.2.5);
 d) 对氨基苯乙醚标准溶液(A.4.2.4)。
 进样量均为 1 μ L。

A.4.6 结果计算

按 a)→b)→c)→d)的顺序进样,每次进样的峰面积之比 f 按式(A.2)计算:

$$f = \frac{S_1}{S_2} \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

S_1 ——对氨基苯乙醚的峰面积;

S_2 ——内标物的峰面积。

按式(A.2)求得的 f_a 和 f_d , f_b 和 f_c 分别加以平均,求得 f_1 和 f_2 。

对氨基苯乙醚的质量分数 w_2 ,按式(A.3)计算:

$$w_2 = \frac{f_1 \times m_1 \times w}{f_2 \times m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

f_1 ——对氨基苯乙醚标准溶液中对氨基苯乙醚与内标物峰面积之比的平均值;

m_1 ——对氨基苯乙醚标准品的质量,单位为克(g);

w ——对氨基苯乙醚标准品的质量分数, %;

f_2 ——试样溶液中对氨基苯乙醚与内标物峰面积之比的平均值;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 6%。