



中华人民共和国国家标准

GB 1886.59—2015

食品安全国家标准 食品添加剂 石油醚

2015-09-22 发布

2016-03-22 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 石油醚

1 范围

本标准适用于以天然石油分馏制得的食物添加剂石油醚。该产品是沸点在 25 ℃~105 ℃之间的轻质石油产品,主要为混合烷烃(正构和异构)和环烷烃。

2 技术要求

2.1 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	无色	取适量试样,置于清洁、干燥的比色管中,在自然光线下,目视观察其色泽和状态,嗅其气味
状态	透明液体	
气味	类似汽油气味	

2.2 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
蒸发残渣/(mg/100 mL)	≤ 2	GB/T 6324.2
硫/(mg/kg)	≤ 10	GB/T 6324.4
苯,φ/%	≤ 0.05	附录 A 中 A.4
芳香烃(含苯),φ/%	≤ 0.3	附录 A 中 A.4
溴指数/(mg/100 g)	≤ 200	附录 A 中 A.5
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 2.0	GB 5009.12
多环芳烃	通过试验	GB 7363

附录 A 检验方法

A.1 警示

试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和防护措施。

A.2 一般规定

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验方法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 和 GB/T 603 的规定制备;所用溶液除另有说明外,均为水溶液。

A.3 鉴别试验

不溶于水,溶于乙醇。

A.4 苯及芳香烃(含苯)的测定

A.4.1 方法提要

采用气相色谱法,在选定的色谱条件下,试样汽化后经毛细管色谱柱分离,用氢火焰离子化检测器检测,用内标法定量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 氢气:体积分数不低于 99.99%,经硅胶与分子筛干燥、净化。

A.4.2.2 氮气:体积分数不低于 99.99%,经硅胶与分子筛干燥、净化。

A.4.2.3 空气:经硅胶与分子筛干燥、净化。

A.4.2.4 异辛烷:≥99%,含有的芳香物质小于 0.05%。

A.4.2.5 内标物:*n*-癸烷和 *n*-十一烷,色谱纯;或 *n*-癸烷和 *n*-十二烷,色谱纯。

A.4.2.6 标准溶液 A:含有 0.5%的内标物和 0.5%苯的异辛烷溶液。

A.4.2.7 标准溶液 B:含有 0.5%的 *n*-癸烷、0.5%的内标物和 0.5%苯的异辛烷溶液。

A.4.3 仪器和设备

A.4.3.1 气相色谱仪:配有毛细管柱进样装置和氢火焰离子化检测器。

A.4.3.2 微量注射器:10 μL。

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,*n*-癸烷能在苯之前出峰的同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	季戊四醇-β-氰乙基醚毛细管柱
柱长×柱内径	30 m×0.25 mm
柱温度/℃	95
汽化室温度/℃	275
检测器温度/℃	250
载气(氮气)流量/(mL/min)	3
分流比	100 : 1
进样量/μL	10

A.4.5 苯相对于内标物的响应因子的测定

苯相对于内标物的响应因子,以 f 表示,按式(A.1)计算:

$$f = \frac{A_1 \times w}{w_1 \times A} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

A_1 ——内标物的峰面积;

w ——标准溶液 A 中苯的质量分数;

w_1 ——标准溶液 A 中内标物的质量分数;

A ——苯的峰面积。

A.4.6 分析步骤

将约 0.1 mL 内标物放入 25 mL 容量瓶中,用分析天平称量。用被测试样溶解并稀释至刻度。按表 A.1 中给出的操作条件,注入 10 μL 含有内标物的试样。测量内标物和苯的峰面积之前,改变仪器衰减,以保证出峰的峰值至少达到满量程的 25%。测量内标物和苯的峰面积。典型色谱图和各组分的保留时间见附录 B 中图 B.1 和表 B.1。

A.4.7 定量分析

采用内标法定量。

A.4.8 结果计算

某一被测组分的质量分数 w_i ,按式(A.2)计算:

$$w_i = \frac{A_i \times f \times m_1}{A_2 \times m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

A_i ——某一被测组分的峰面积;

f ——苯相对于内标物的响应因子;

m_1 ——加入内标物的质量,单位为克(g);

A_2 ——内标物的峰面积;

m ——试样的质量,单位为克(g)。

A.5 溴指数的测定

A.5.1 方法提要

已知的大量试样溶于被标准溴化物-溴酸盐溶液滴定的特殊溶液中。当有游离氯存在时,导致系统电导率突然改变,用电位滴定仪指示终点。溴指数是指在试验条件下与 100 g 试样发生反应的溴的质量,单位为 mg/100 g。

A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 混合溶剂:将 714 mL 冰乙酸、134 mL 四氯化碳、134 mL 甲醇和 18 mL 硫酸(1+5)混合。

A.5.2.2 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.05 \text{ mol/L}$ 。

A.5.2.3 溴化钾-溴酸钾标准溶液: $c(\frac{1}{6}\text{KBr-KBrO}_3)=0.05 \text{ mol/L}$ 。称取 5.1 g 溴化钾和 1.4 g 溴酸钾,用水稀释至 1 000 mL。将 50 mL 冰乙酸和 1 mL 盐酸试液加入到 500 mL 的碘量瓶中。在冰水浴中冷藏约 10 min,并不停的旋转碘量瓶,从 50 mL 滴定管中加入 40 mL~50 mL(精确至 0.01 mL)溴化物-溴酸盐溶液,速度控制在 90 s~120 s 之间。迅速盖上瓶盖,混匀溶液,并在此置于冰水浴中。在碘量瓶的瓶口加 5.0 mL 15% 的碘化钾溶液。5 min 后将碘量瓶从冰水浴中取出,并移开瓶塞,使 15% 的碘化钾溶液缓慢流入碘量瓶中。充分混匀,用 100 mL 水清洗瓶塞、瓶口和瓶壁,并立即用 0.05 mol/L 的硫代硫酸钠标准溶液滴定,在接近终点时加入淀粉试液,缓慢滴定至蓝色消失,即为终点。

溴化钾-溴酸钾标准溶液的浓度 c_1 ,按式(A.3)计算:

$$c_1 = \frac{V_2 \times c_2}{V_1} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

V_2 ——消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c_2 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——加入溴化钾-溴酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

A.5.3 仪器和设备

A.5.3.1 电位滴定仪。

A.5.3.2 滴定容器:容量约为 150 mL,并带有能保持 1 °C~5 °C 冷凝装置的玻璃套管。两个铂金电极放置距离不能大于 5 mm,并深入液面以下。使用机械或电磁搅拌器,搅拌充分但不能引起气泡。

A.5.3.3 滴管:容量为 10 mL 和 50 mL。

A.5.3.4 碘量瓶:带玻璃塞,容量为 500 mL。

A.5.4 分析步骤

用适当的冷却液通过滴定容器的套管,循环冷却使滴定容器保持在 1 °C~5 °C。加入 110 mL 的混合溶剂(A.5.2.1)和 8 g~10 g 的试样。打开搅拌器,调节搅拌速率至溶液起漩涡但不产生气泡为宜。让容器冷却至 0 °C~5 °C,并在滴定过程中维持该温度。用 10 mL 滴定管缓慢少量加入溴化钾-溴酸钾溶液,直至检测器显示接近终点。继续滴加 0.1 mL 溴化钾-溴酸钾溶液,直至检测器达到稳定的终点(终点保持 30 s)。做空白试验,加入的溴化钾-溴酸钾溶液应少于 0.1 mL。

A.5.5 结果计算

溴指数 $w_{\text{溴}}$,在规定条件下与 100 g 试样发生反应的溴的质量,单位为毫克每百克(mg/100 g),按

式(A.4)计算:

$$w_{\text{溴}} = \frac{(V_3 - V_4) \times c \times M \times 100}{m} \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

V_3 —— 试样消耗溴化钾-溴酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_4 —— 空白试验消耗溴化钾-溴酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c —— 溴化钾-溴酸钾标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M —— 溴单质的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), [$M(\text{Br}) = 79.9$];

100 —— 换算系数;

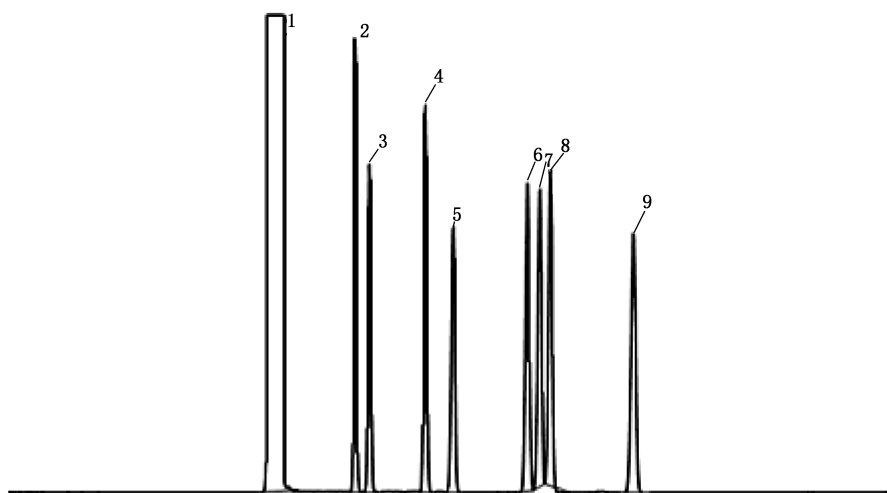
m —— 试样的质量,单位为克(g)。

附录 B

苯及芳香烃含量测定的典型色谱图和各组分的保留时间

B.1 苯及芳香烃含量测定的典型色谱图

苯及芳香烃含量测定的典型色谱图见图 B.1。



说明：

1——石油醚；
2——苯；
3——*n*-癸烷；
4——甲苯；
5——*n*-十一烷；

6——乙苯；
7——对二甲苯；
8——间二甲苯；
9——邻二甲苯。

图 B.1 苯及芳香烃含量测定的典型色谱图

B.2 苯及芳香烃含量测定的典型色谱图中各组分的保留时间

苯及芳香烃含量测定的典型色谱图中各组分的保留时间见表 B.1。

表 B.1 苯及芳香烃含量测定的典型色谱图中各组分的保留时间

组分名称	保留时间/min
苯	6.1
甲苯	7.0
乙苯	8.0

表 B.1 (续)

组分名称	保留时间/min
对二甲苯和间二甲苯	8.5
邻二甲苯	10.0
<i>n</i> -十二烷	6.5
