

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4383—2015

食品接触材料 糯米纸 聚乙烯醇(PVA) 含量的测定 紫外-可见分光光度法

Food contact materials—Glutinous rice paper—Determination of PVA content—
UV-spectrophotometry

2015-12-04 发布

2016-07-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布



前　　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国新疆出入境检验检疫局、中华人民共和国深圳出入境检验检疫局、伊犁师范学院化学与生物科学学院。

本标准主要起草人：刘俊、徐嵘、谢堂堂、刘思聪、李紫薇、章雅玲、张旭龙。

食品接触材料 糯米纸 聚乙烯醇(PVA) 含量的测定 紫外-可见分光光度法

1 范围

本标准规定了用紫外-可见分光光度法测定糯米纸中聚乙烯醇(PVA)含量的方法。

本标准适用于糯米纸中聚乙烯醇含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 462 纸、纸板和纸浆 分析试样水分的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

加入盐酸溶液,水浴振荡加热使糯米纸中的淀粉水解,试液中的PVA在硼酸介质中与碘生成蓝绿色络合物,紫外-可见分光光度法测定溶液在波长675 nm处的吸收值,用标准曲线法定量。

4 试剂和材料

除非另有规定,本方法仅使用分析纯试剂,试验用水应符合GB/T 6682中规定的三级水。

4.1 阴性样品,生产糯米纸的原料淀粉,或用可溶性淀粉替代。

4.2 食品级聚乙烯醇(平均聚合度为500,醇解度为88%)。

4.3 硼酸。

4.4 碘。

4.5 碘化钾。

4.6 盐酸($\rho=1.19 \text{ g/mL}$)。

4.7 盐酸溶液(1+1)。

4.8 硼酸溶液,0.8 mol/L,称取24.7 g硼酸(4.3),用水溶解并定容至500 mL。

4.9 碘-碘化钾溶液,0.01 mol/L。称取1.3 g碘(4.4)和1.8 g碘化钾(4.5),用玻璃棒碾碎充分混合后,逐滴加入少量蒸馏水,搅拌溶解后再加水,然后移入500 mL棕色容量瓶中,用蒸馏水定容,摇匀。

注:碘-碘化钾溶液配置时,应注意碘与碘化钾充分混合,逐滴加入少量蒸馏水,充分搅拌,水加得过快,碘不易溶解。

4.10 阴性样品基质溶液,称取1.0 g(精确到0.001 g)的阴性样品(4.1),按7.1进行处理得到的溶液。

4.11 聚乙烯醇储备溶液,5 000 mg/L。用小烧杯称取0.500 0 g(精确到0.000 1 g)聚乙烯醇样品(4.2),加入约30 mL水,置于磁力搅拌加热板,冷水搅拌10 min~15 min,后逐步加热,沸腾30 min~

SN/T 4383—2015

60 min,直至 PVA 完全溶解。洗涤磁力棒,洗涤液合并至 PVA 溶液中,溶液冷却至室温后移入100 mL 容量瓶中,用蒸馏水定容,摇匀。

4.12 聚乙烯醇标准溶液,200 mg/L,量取 2.0 mL 的 5 000 mg/L 的 PVA 储备溶液(4.11),用蒸馏水定容至 50 mL,摇匀。

5 仪器和设备

- 5.1 紫外分光光度仪。
 - 5.2 控温水浴振荡仪(可控温)。
 - 5.3 电子天平:感量为 1 mg 和 0.1 mg。
 - 5.4 磁力搅拌加热板。

6 试样制备

取代表性试样，放于称量天平附近平衡不少于 20 min，备用。

7 分析步骤

7.1 试料的称取

- 7.1.1 称取两份约 1 g 的风干试样作为待测样, 精确到 0.001 g。
7.1.2 称取两份约 2 g 的风干试样, 精确到 0.000 1 g, 按照 GB/T 462 测定水分, 以计算待测样的绝干质量。

注：与空气平衡后，糯米纸的水分较高，当PVA检出时，将试样的风干质量修正为绝干质量。

- 7.1.3 将待测试样放入 100 mL 具塞锥形烧瓶中,加入 20 mL 盐酸(4.4),摇动,使试样在盐酸中浸润。放入控温水浴振荡仪(5.2),在(65±2)℃ 中水浴振荡 1 h。

7.1.4 将 7.1.3 中试液转移至 100 mL 容量中,水定容后用快速滤纸过滤。

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 工作曲线的制备

- 7.3.1 准确移取 0.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL、10.0 mL 的聚乙烯醇标准溶液(4.12)，加入 5 mL 阴性样品基质溶液(4.10)、10 mL 硼酸溶液(4.8)，准确加入 4 mL 碘-碘化钾溶液(4.9)，加水定容至 50 mL，溶液对应的 PVA 浓度为 0.00 mg/L、8.00 mg/L、16.00 mg/L、24.00 mg/L、32.00 mg/L、40.00 mg/L。混匀，静置 5 min 后，用紫外分光光度计在 675 nm 处测定吸光度。

7.3.2 绘制标准工作曲线：按照 7.3.1 所列测试条件，对标准工作溶液进行测定，以 PVA 含量为纵坐标，以对应吸光度为横坐标分别绘制标准工作曲线，得到线性方程，结果按式(1)计算：

式中：

x ——标准工作曲线中 PVA 含量, 单位为毫克每升(mg/L);

k ——回归曲线的斜率;

A——标准工作曲线中吸光度；

b ——回归曲线的截距。

7.4 样品检测

准确移取 5 mL 试液(7.1.3),加入 10 mL 硼酸溶液(4.8),准确加入 4 mL 碘-碘化钾溶液(4.9),加水定容至 50 mL,混匀,静置 5 min 后,用紫外分光光度计在 675 nm 处测定吸光度。

8 结果计算

8.1 样品绝干质量计算

8.1.1 按 GB/T 462 测定水分,计算试样中的水分含量(X)。

8.1.2 按式(2)计算绝干样品质量:

式中：

m_0 ——烘干前试样质量,单位为克(g);

s ——试样中水分含量；

m —— 绝干样品质量, 单位为克(g)。

8.2 PVA 含量计算

按式(3)计算试样中的 PVA 含量,以 PVA 的质量分数 w 计,数值以克每千克(g/kg)表示:

式中：

w ——试样中 PVA 的含量, 单位为克每千克(g/kg);

X_1 ——待测溶液中 PVA 的浓度, 单位为毫克每升(mg/L);

X_0 ——空白试液中 PVA 的浓度, 单位为毫克每升(mg/L);

m ——试样的绝干质量, 单位为克(g)。

结果取两次平行测定结果的算术平均值,结果保留小数点后两位。

9 测定低限(LOQ)

本方法的测定低限为 2.00 g/kg。

10 精密度

在重复性条件下,同一操作者用同一仪器在恒定的实验条件下对同一个测定物质,按正常和正确的实验方法操作,获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

11 试验报告

试验报告应包括下列项目：

- a) 参照本标准编号；
 - b) 试样的描述；
 - c) 测试的平均值；
 - d) 标准步骤变更的说明，或所观察到的任何会影响测试结果的异常现象。