



中华人民共和国国家标准

GB 5009.254—2016

食品安全国家标准

动植物油脂中聚二甲基硅氧烷的测定

2016-08-31 发布

2017-03-01 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

动植物油脂中聚二甲基硅氧烷的测定

1 范围

本标准规定了动植物油脂中聚二甲基硅氧烷的测定方法。

本标准适用于动植物油脂中聚二甲基硅氧烷的测定。

第一法 电感耦合等离子体原子发射光谱法

2 原理

试样中的聚二甲基硅氧烷经航空煤油 1# 提取,采用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定试样提取液中的硅含量,外标法定量。

3 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯。水为 GB/T 6682 规定的一级水。

3.1 试剂

3.1.1 航空煤油 1# (或可作为电感耦合等离子体原子发射光谱仪直接进样的能够溶解聚二甲基硅氧烷的有机溶剂)。

3.1.2 盐酸(HCl)。

3.1.3 盐酸溶液(1.37 mol/L):量取 114 mL 盐酸,用水定容至 1 000 mL。

3.2 标准品

聚二甲基硅氧烷 $[(\text{CH}_3)_3\text{SiO}(\text{C}_2\text{H}_5\text{SiO})_n\text{Si}(\text{CH}_3)_3]$,CAS: 63148-62-9,纯度 $\geq 99.0\%$ 。

3.3 标准溶液的配制

3.3.1 聚二甲基硅氧烷标准储备液(1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$):准确称取 100.0 mg 聚二甲基硅氧烷于 50 mL 烧杯中,用航空煤油 1# 溶解转移至 100 mL 容量瓶中,定容至刻度,摇匀。该溶液可在冰箱中 4 $^{\circ}\text{C}$ 保存 12 个月。

3.3.2 聚二甲基硅氧烷标准工作液:称取 5 g (精确到 0.01 g) 植物油或动物油或氢化植物油空白油脂(空白油脂为不含聚二甲基硅氧烷的市售油脂)于 10 mL 容量瓶中,需熔化的置于 70 $^{\circ}\text{C}$ 水浴锅中,加入 2 mL~3 mL 航空煤油 1# 稀释,分别移取 0 μL 、40 μL 、100 μL 、200 μL 、300 μL 、500 μL 聚二甲基硅氧烷标准储备液,用航空煤油 1# 定容至刻度,摇匀。得到以植物油或动物油或氢化植物油为基体的 0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、4 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、30 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的聚二甲基硅氧烷标准工作液。易凝固的油脂应置于 70 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中,取出后立即测定。

4 仪器与设备

- 4.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪:带有机进样系统。
 4.2 天平:感量为 0.1 mg。
 4.3 漩涡混匀器。
 4.4 超声波振荡器:带加热控温装置。
 4.5 容量瓶:10 mL、25 mL、100 mL。
 4.6 塑料离心管:15 mL、50 mL。

5 分析步骤

5.1 试样制备

称取 5 g(精确到 0.01 g)试样于 25 mL 容量瓶中,加入 15 mL 航空煤油 1#,充分混匀,置于 70 °C 水浴中超声提取 2 h,用航空煤油 1#定容至刻度。然后全部转移至 50 mL 塑料离心管中,再加入 15 mL 1.37 mol/L 盐酸充分混匀,于水浴中静置分层,取上清液 10 mL 于 15 mL 塑料离心管备用,同时做试剂空白试验。易凝固的油脂应置于 70 °C 水浴中,取出后立即测定。

5.2 仪器参考条件

见表 A.1。

5.3 标准曲线的制作

将标准系列工作液分别吸入电感耦合等离子体原子发射光谱仪中,测定相应的发射强度,以标准工作液中聚二甲基硅氧烷的浓度为横坐标,以发射强度值为纵坐标,绘制标准曲线。

5.4 试样溶液的测定

将空白和试样溶液吸入电感耦合等离子体原子发射光谱仪中,测定发射强度值,根据标准曲线得到待测液中聚二甲基硅氧烷的浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)。

6 分析结果的表述

试样中聚二甲基硅氧烷的含量按式(1)计算:

$$X_i = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \times F \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X_i ——试样中聚二甲基硅氧烷含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
 ρ_i ——试样提取溶液中聚二甲基硅氧烷的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
 ρ_0 ——空白油脂溶液中聚二甲基硅氧烷的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
 V ——试样的体积,单位为毫升(mL);
 m ——试样的质量,单位为克(g);
 F ——稀释因子;
 1 000 ——换算系数。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留三位有效数字。

7 精密度

在重复性条件下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 15%。

8 其他

当试样取 5.0 g 时,方法的检出限为 0.3 mg/kg,定量限为 1.0 mg/kg。

第二法 火焰原子吸收光谱法

9 原理

试样中的聚二甲基硅氧烷经 4-甲基-2-戊酮提取,采用配有一氧化二氮-乙炔系统的火焰原子吸收光谱仪测定试样提取液中的硅含量,外标法定量。

10 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

10.1 试剂

4-甲基-2-戊酮 $[(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{COCH}_3]$ 。

10.2 标准品

聚二甲基硅氧烷 $[(\text{CH}_3)_3\text{SiO}(\text{C}_2\text{H}_5\text{SiO})_n\text{Si}(\text{CH}_3)_3]$,CAS:63148-62-9,纯度 $\geq 99.0\%$ 。

10.3 标准溶液的配制

10.3.1 聚二甲基硅氧烷标准储备液(1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$):准确称取 100.0 mg 聚二甲基硅氧烷于 50 mL 烧杯中,用 4-甲基-2-戊酮溶解转移至 100 mL 容量瓶中,定容至刻度,摇匀。该溶液可在冰箱中 4 $^\circ\text{C}$ 保存 12 个月。

10.3.2 聚二甲基硅氧烷标准工作液:称取 4 g(精确到 0.01 g)植物油或动物油或氢化植物油空白油脂(空白油脂为不含聚二甲基硅氧烷的市售油脂)于 10 mL 容量瓶中,需熔化的置于 70 $^\circ\text{C}$ 水浴锅中,加入 2 mL~3 mL 4-甲基-2-戊酮稀释,分别移取 0 μL 、40 μL 、100 μL 、200 μL 、300 μL 、500 μL 聚二甲基硅氧烷标准储备液,用 4-甲基-2-戊酮定容至刻度,摇匀。得到以植物油或动物油或氢化植物油为基体的 0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、4 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、30 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的聚二甲基硅氧烷标准工作液。易凝固的油脂应置于 70 $^\circ\text{C}$ 水浴中,取出后立即测定。

11 仪器与设备

11.1 原子吸收光谱仪:附硅空心阴极灯;一氧化二氮-乙炔气路系统(配加热装置的减压阀);一氧化二氮-乙炔系统专用燃烧头。

11.2 天平:感量为 0.1 mg。

11.3 水浴锅:带控温装置。

11.4 容量瓶:10 mL、100 mL。

12 分析步骤

12.1 试样制备

植物油或动物油或氢化植物油:称取 4 g(精确到 0.01 g)试样于 10 mL 容量瓶中,需熔化的置于 70 °C 水浴锅中,加入 4-甲基-2-戊酮稀释至刻度,摇匀。同时做空白试验。

12.2 仪器参考条件

12.2.1 波长:251.6 nm。

12.2.2 光谱通带:0.2 nm。

12.2.3 灯电流:10 mA。

12.2.4 乙炔流量:4.0 L/min。

12.2.5 一氧化二氮流量:6.0 L/min。

12.3 标准曲线的制作

将标准系列工作液分别吸入原子吸收光谱仪中,测定相应的吸光度值。以标准工作液中聚二甲基硅氧烷的浓度为横坐标,以吸光度值为纵坐标,绘制标准曲线。

12.4 试样溶液的测定

将空白及试样溶液吸入原子吸收光谱仪中,测定吸光度值。根据标准曲线得到待测溶液中聚二甲基硅氧烷的浓度($\mu\text{g/mL}$)。

注:测试过程中燃烧头容易产生积炭,需要及时刮除。

13 分析结果的表述

试样中聚二甲基硅氧烷的含量按式(2)计算:

$$X_i = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \times F \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X_i ——试样中聚二甲基硅氧烷含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

ρ_i ——试样提取溶液中聚二甲基硅氧烷的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——空白油脂中聚二甲基硅氧烷的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试样的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g);

F ——稀释因子;

1 000 ——换算系数。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留三位有效数字。

14 精密度

重复性条件下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 15%。

15 其他

当试样取 4.0 g 时,方法的检出限为 0.6 mg/kg(植物油)、2.4 mg/kg(动物油或氢化植物油);方法的定量限为 2.0 mg/kg(植物油)、8.0 mg/kg(动物油或氢化植物油)。

附 录 A
仪器参考条件

电感耦合等离子体原子发射光谱仪的参考条件见表 A.1。

表 A.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪的参考条件

参 数		设定值
高频功率发生器/kW		1.4
观测方式		水平
气路系统	冷却气流量/(L/m ³)	20
	辅助气流量/(L/m ³)	0.7
	雾化气压力/kPa	345
	蠕动泵转速/(mL/min)	1.0
数据处理	积分时间/s	10
硅分析线波长/nm		251.611