



中华人民共和国国家标准

GB 13481—2011

食品安全国家标准

食品添加剂 山梨醇酐单硬脂酸酯（司盘 60）

2011-11-21 发布

2011-12-21 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

本标准代替 GB 13481—2010《食品安全国家标准 食品添加剂 山梨醇酐单硬脂酸酯（司盘 60）》。

本标准与 GB 13481—2010 相比，主要变化如下：

——修改了 A.8.2 分析步骤。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB 13481—1992；

——GB 13481—2010。

食品安全国家标准

食品添加剂 山梨醇酐单硬脂酸酯（司盘 60）

1 范围

本标准适用于以硬脂酸与失水山梨醇为原料，经酯化反应制得的食品添加剂山梨醇酐单硬脂酸酯（司盘 60）。

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	淡黄色	取适量实验室样品，置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，目视观察。
组织状态	粉状或块状固体	

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
脂肪酸, w / %	71~75	附录 A 中 A.4
多元醇, w / %	29.5~33.5	附录 A 中 A.5
酸值(以 KOH 计) / (mg/g)	≤ 10	附录 A 中 A.6
皂化值(以 KOH 计) / (mg/g)	147~157	附录 A 中 A.7
羟值(以 KOH 计) / (mg/g)	235~260	附录 A 中 A.8
水分, w / %	≤ 1.5	附录 A 中 A.9
砷 (As) / (mg/kg)	≤ 3	附录 A 中 A.10
铅 (Pb) / (mg/kg)	≤ 2	附录 A 中 A.11

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—2008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之规定制备。

A.3 鉴别试验

A.3.1 脂肪酸酸值的测定

A.3.1.1 试剂和材料

A.3.1.1.1 无水乙醇。

A.3.1.1.2 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.5\text{mol/L}$ 。

A.3.1.1.3 酚酞指示液：10g/L。

A.3.1.2 分析步骤

称取约3g A.4.3.2中的凝固物D，精确至0.001g，置于锥形瓶中，加入50mL无水乙醇溶解，必要时加热。加入5滴酚酞指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色，保持30s不褪色为终点。

A.3.1.3 结果计算

脂肪酸酸值 w_1 ，以氢氧化钾（KOH）计，数值以毫克每克（mg/g）表示，按式(A.1)计算：

$$w_1 = \frac{VcM}{m} \dots\dots\dots(\text{A.1})$$

式中：

V ——氢氧化钠标准滴定溶液（A.3.1.1.2）的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

m ——试料质量的数值，单位为克(g)；

M ——氢氧化钾的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol) [$M=56.109$]。

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0.5 (mg/g)。

A.3.1.4 结果判断

回收的脂肪酸酸值应为190 (mg/g)~ 220 (mg/g)。

A.3.2 脂肪酸结晶点的测定

按GB/T 7533进行。取约3g A.4.3.2中的凝固物D为试料。回收的脂肪酸的结晶点应 $\geq 53^\circ\text{C}$ 。

A.3.3 多元醇显色试验

取约2g A.5.2中的黏稠物E，加入2mL邻苯二酚溶液(100g/L)（现用现配），混匀，再加5mL硫

酸混匀，应显红色或红褐色。

A.4 脂肪酸的测定

A.4.1 方法提要

样品通过皂化水解，经酸化后生成的脂肪酸和多元醇，通过反复萃取分离及浓缩干燥，得到回收的脂肪酸的质量，称量计算脂肪酸的质量分数。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 氢氧化钾。

A.4.2.2 乙醇（95%）。

A.4.2.3 石油醚。

A.4.2.4 硫酸溶液：1+2。

A.4.3 分析步骤

A.4.3.1 皂化：称取约 25g 实验室样品，精确至 0.01g。置于 500mL 烧瓶中，加入 250mL 乙醇（95%）和 7.5g 氢氧化钾。连接冷凝器，置于水浴中加热回流 2h。将皂化物转移至 800mL 烧杯中，用约 200mL 水洗涤烧瓶并转移至该烧杯中。将烧杯置于水浴中，蒸发直至乙醇挥发逸尽。用热水调节溶液的体积至约 250mL，为溶液 A。

A.4.3.2 酸化、萃取分离：在加热搅拌下向溶液 A 中加硫酸溶液，使其析出凝固物，再加入过量约 10% 的硫酸溶液，冷却分层。将上层凝固物转移至预先在 80℃ 质量恒定的 250mL 烧杯中，用 20mL 热水洗涤 3 次，冷却后将洗液与下层溶液合并于 500mL 分液漏斗中，用 100mL 石油醚提取 3 次，静置分层。将下层溶液 B 转移至 800mL 烧杯中；合并石油醚提取液于第二个 500mL 分液漏斗中，3 次用 100mL 水洗涤。下层水洗液与溶液 B 合并为溶液 C，留作测定多元醇含量用；转移上层石油醚提取液于盛凝固物的烧杯中，置于水浴中浓缩至 100mL，于 80℃ 干燥至质量恒定，得到回收的凝固物 D 作为脂肪酸的质量。称量后的凝固物 D 用于脂肪酸酸值的测定。

A.4.4 结果计算

脂肪酸的质量分数 w_2 ，数值以 % 表示，按式(A.2)计算：

$$w_2 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots(A.2)$$

式中：

m_1 ——250mL 烧杯质量的数值，单位为克(g)；

m_2 ——250mL 烧杯加凝固物 D 质量的数值，单位为克(g)；

m ——试料质量的数值，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 1%。

A.5 多元醇的测定

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 无水乙醇。

A.5.1.2 氢氧化钾溶液：100g/L。

A.5.2 分析步骤

用氢氧化钾溶液中和 A.4.3.2 中得到的溶液 C 至 pH 为 7 (用 pH 试纸检验)。将此溶液置于水浴中蒸发至白色结晶析出。然后 4 次用 150mL 热无水乙醇提取残留物中的多元醇, 合并提取液, 用 G4 玻璃漏斗过滤, 无水乙醇洗涤。滤液转移至另一个 800mL 烧杯中, 置于水浴中浓缩至约 100mL。再转移至预先在 80℃ 质量恒定的 250mL 烧杯中, 继续蒸发至粘稠状。在 80℃ 干燥至质量恒定, 得到粘稠物 E 作为回收多元醇的质量。称量后的黏稠物 E 用于多元醇显色试验。

A.5.3 结果计算

多元醇质量分数 w_3 , 数值以%表示, 按式(A.3)计算:

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

式中:

m_1 ——250mL烧杯的质量, 单位为克(g);

m_2 ——250mL烧杯加黏稠物E的质量, 单位为克(g);

m ——A.4.4中试料质量的数值, 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 1%。

A.6 酸值的测定

A.6.1 试剂和材料

A.6.1.1 异丙醇。

A.6.1.2 甲苯。

A.6.1.3 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1\text{mol/L}$ 。

A.6.1.4 酚酞指示液: 10g/L。

A.6.2 分析步骤

称取约2.5g实验室样品, 精确至0.000 1g, 置于锥形瓶中, 加入异丙醇和甲苯各40mL, 加热使其溶解。加入5滴酚酞指示液, 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色, 保持30s不褪色为终点。

A.6.3 结果计算

酸值 w_4 , 以氢氧化钾 (KOH) 计, 数值以毫克每克 (mg/g) 表示, 按式(A.4)计算:

$$w_4 = \frac{V_1 c M}{m_1} \quad \dots\dots\dots(A.4)$$

式中:

V_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液 (A.6.1.3) 的体积的数值, 单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

m_1 ——试料质量的数值, 单位为克(g);

M ——氢氧化钾的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) [$M=56.109$]。

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 0.2 (mg/g)。

A.7 皂化值的测定

A.7.1 试剂和材料

A.7.1.1 无水乙醇。

A.7.1.2 氢氧化钾乙醇溶液：40g/L。

A.7.1.3 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl})=0.5\text{mol/L}$ 。

A.7.1.4 酚酞指示液：10g/L。

A.7.2 分析步骤

称取约 2g 实验室样品，精确至 0.000 1g，置于 250mL 磨口锥形瓶中，加入 (25±0.02)mL 氢氧化钾乙醇溶液，连接冷凝管，置于水浴中加热回流 1 h，稍冷后用 10mL 无水乙醇淋洗冷凝管，取下锥形瓶，加入 5 滴酚酞指示液，用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液的红色刚刚消失，加热试液至沸腾。若出现粉红色，继续滴定至红色消失即为终点。

在测定的同时，按与测定相同的步骤，对不加试料而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

A.7.3 结果计算

皂化值 w_s ，以氢氧化钾 (KOH) 计，数值以毫克每克 (mg/g) 表示，按式(A.5)计算：

$$w_s = \frac{(V_0 - V_2)cM}{m_2} \dots\dots\dots(\text{A.5})$$

式中：

V_2 ——试料消耗盐酸标准滴定溶液(A.7.1.3)体积的数值,单位为毫升(mL)；

V_0 ——空白试验消耗盐酸标准滴定溶液(A.7.1.3)体积的数值,单位为毫升(mL)；

c ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

m_2 ——试料质量的数值，单位为克(g)；

M ——氢氧化钾的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol) [$M=56.109$]。

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1 (mg/g)。

A.8 羟值的测定

A.8.1 试剂和材料

A.8.1.1 吡啶：以酚酞为指示剂，用盐酸溶液 (1+110) 中和。

A.8.1.2 正丁醇：以酚酞为指示剂，用氢氧化钾乙醇标准滴定溶液中和。

A.8.1.3 乙酰化剂：乙酸酐与吡啶按1+3混匀，贮存于棕色瓶中。

A.8.1.4 氢氧化钾乙醇标准滴定溶液： $c(\text{KOH})=0.5\text{mol/L}$ 。

A.8.1.5 酚酞指示液：10g/L。

A.8.2 分析步骤

称取约 1.2g 实验室样品，精确至 0.0001g，置于 250mL 磨口锥形瓶中，加入 (5±0.02)mL 乙酰化剂，连接冷凝管，置于水浴中加热回流 1h。从冷凝管上端加入 10mL 水于锥形瓶中，继续加热 10min 后，冷却至室温。用 15mL 正丁醇冲洗冷凝管，拆下冷凝管，再用 10mL 正丁醇冲洗瓶壁。加入 8 滴酚酞指示液，用氢氧化钾乙醇标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色即为终点。

在测定的同时,按与测定相同的步骤,对不加试料而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

为校正游离酸,称取约10g实验室样品,精确至0.01g。置于锥形瓶中,加入30mL吡啶,加入5滴酚酞指示液,用氢氧化钾乙醇标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色。

A. 8. 3 结果计算

羟值 w_6 ,以氢氧化钾(KOH)计,数值以毫克每克(mg/g)表示,按式(A.6)计算:

$$w_6 = \frac{(V_0 - V_3)cM}{m_3} + \frac{V_4cM}{m_0} \dots\dots\dots(A.6)$$

式中:

V_3 ——试料消耗氢氧化钾乙醇标准滴定溶液(A.8.1.4)体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗氢氧化钾乙醇标准滴定溶液(A.8.1.4)体积的数值,单位为毫升(mL);

V_4 ——校正游离酸消耗氢氧化钾乙醇标准滴定溶液(A.8.1.4)体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钾乙醇标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m_3 ——羟值测定时试料质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——校正游离酸测定时试料质量的数值,单位为克(g);

M ——氢氧化钾的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M=56.109$]。

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4(mg/g)。

A. 9 水分的测定

称取约0.6g实验室样品,精确至0.0002g。置于25mL烧杯中,加入少量三氯甲烷加热溶解并转移至25mL容量瓶中,用三氯甲烷冲洗烧杯数次,一并转入容量瓶中,稀释至刻度。量取(5±0.02)mL该试样溶液,按GB/T 6283直接电量法测定。

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0.05%。

A. 10 砷的测定

按GB/T 5009.76砷斑法进行。按“湿法消解”处理样品,测定时量取(10±0.02)mL试样溶液(相当于1.0g实验室样品)。限量标准液的配制:用移液管移取(3±0.02)mL砷(As)标准溶液(相当于3μg As),与试样同时同样处理。

A. 11 铅的测定

A. 11. 1 比色法(仲裁法)

按GB/T 5009.75进行。样品的处理:称取约2.5g实验室样品,精确至0.0001g,置于50mL坩埚中,先在低温下炭化,然后在500℃~550℃灰化,冷却后,加入5mL硝酸溶液(1+1),搅拌使之溶解,加水10mL转移至25mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

A. 11. 2 原子吸收光谱法

按GB 5009.12进行。按GB/T 5009.75“干法消解”处理样品。采用石墨炉原子吸收光谱法时,可视样品情况将试样溶液进行适当的稀释。