



中华人民共和国国家标准

**GB 13482—2011**

---

食品安全国家标准  
食品添加剂 山梨醇酐单油酸酯(司盘 80)

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 13482—2010《食品安全国家标准 食品添加剂 山梨醇酐单油酸酯(司盘 80)》。

本标准与 GB 13482—2010 相比主要变化如下：

——修改了 A.4.3.2 “酸化、萃取分离”的分析步骤。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB 13482—1992；

——GB 13482—2010。

# 食品安全国家标准

## 食品添加剂 山梨醇酐单油酸酯(司盘 80)

### 1 范围

本标准适用于以油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油酸酯(司盘 80)。

### 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	琥珀色至棕色	取适量实验室样品, 置于清洁、干燥的玻璃管中,
组织性状	黏稠油状液体	在自然光线下, 目视观察。

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/ %	73 ~ 77	附录 A 中 A.4
多元醇, w/ %	28 ~ 32	附录 A 中 A.5
酸值(以 KOH 计) / (mg/g)	≤ 8	附录 A 中 A.6
皂化值(以 KOH 计) / (mg/g)	145 ~ 160	附录 A 中 A.7
羟值(以 KOH 计) / (mg/g)	193 ~ 210	附录 A 中 A.8
水分, w/ %	≤ 2.0	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 脂肪酸碘值的测定

#### A. 3. 1. 1 试剂和材料

#### A. 3. 1. 1. 1 四氯化碳。

#### A. 3. 1. 1. 2 碘化钾溶液: 100g/L。

A. 3. 1. 1. 3 韦氏液：配制方法见附录 B。

A. 3. 1. 1. 4 硫代硫酸钠标准滴定溶液:  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1\text{mol/L}$ 。

#### A. 3. 1. 1. 5 淀粉指示液: 10g/L。

#### A. 3. 1. 2 鉴别步骤

称取约 0.27g A.4.3.2 中的黏稠物 D, 精确至 0.000 1g, 置于干燥的 500mL 碘量瓶中, 加入 10mL 四氯化碳溶解。加入  $25\text{mL} \pm 0.02\text{mL}$  韦氏液, 塞紧瓶盖, 用碘化钾溶液封口, 置于暗处 30min。加入 15mL 碘化钾溶液和 100mL 水, 用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈淡黄色, 加入 1mL 淀粉指示液, 用力振荡继续滴定至蓝色刚刚消失即为终点。

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. 3. 1. 3 结果计算

脂肪酸碘值 $w_1$ ，以碘计，数值以克每百克(g/100g)表示，按式(A.1)计算：

$$w_i = \frac{(V_0 - V)cM/1000}{m} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A.1})$$

式中：

$V_0$ ——空白消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液(A.3.1.1.4)的体积的数值,单位为毫升(mL);

*V*—试料消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液(A.3.1.1.4)的体积的数值,单位为毫升(mL);

*c*—硫代硫酸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)；

$M$ ——碘的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol) [ $M=126.9$ ]。

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 (g/100g) (以碘计)。

#### A. 3. 1. 4 结果判断

脂肪酸碘值应在 80 (g/100g)~ 135 (g/100g) (以碘计)。

### A. 3. 2 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，加热搅拌使其析出油状物。将此混合液移入 500mL 分液漏斗中，静置分层。将下层溶液移至第二个 500mL 分液漏斗中，3 次用 100mL 石油醚提取，静置分层。下层溶液 B 转移至 800mL 烧杯中；合并石油醚提取液与上层油状物于第一个 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；转移上层石油醚合并液于另一个 800mL 烧杯中，置于水浴上浓缩至约 100mL，再移至预先在 80℃ 质量恒定的 250mL 烧杯中蒸发至粘稠状，在 80℃ 干燥至质量恒定，得到粘稠物 D 作为回收脂肪酸的质量。称量后的粘稠物 D 用作脂肪酸碘值的测定。

#### 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:

式中：

$m_1$ ——250mL烧杯质量的数值，单位为克(g)；

$m_2$ —250mL烧杯加黏稠物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，继续蒸发至黏稠状。在 80℃ 干燥至质量恒定，得到黏稠物 E 作为回收多元醇的质量。称量后的黏稠物 E 用作多元醇显色试验。

### 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:

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

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:

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

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 0.0001g，置于 250mL 磨口锥形瓶中，加入  $25\text{mL} \pm 0.02\text{mL}$  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。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,对不加试剂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 $w_5$ ，以氢氧化钾（KOH）计，数值以毫克每克（mg/g）表示，按式(A.5)计算：

$$w_5 = \frac{(V_0 - V_2)cM}{m_2} \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A.5})$$

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0.000 1g，置于250mL磨口锥形瓶中，加入5mL $\pm$ 0.02mL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：

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

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*<sub>4</sub>——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 0.000 2g，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 中直接电量法测定。

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 砷斑法的规定进行。按“湿法消解”处理样品，测定时量取  $10\text{mL}\pm0.02\text{ mL}$  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  $3\text{mL}\pm0.02\text{mL}$  砷（As）标准溶液（相当于  $3\mu\text{g As}$ ），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 0.000 1g，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。

## 附录 B

### B.1 试剂和材料

- B.1.1 三氯化碘。
  - B.1.2 四氯化碳。
  - B.1.3 冰乙酸。
  - B.1.4 碘片。
  - B.1.5 碘化钾溶液: 100g/L。
  - B.1.6 硫代硫酸钠标准滴定溶液:  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1\text{ mol/L}$ 。
  - B.1.7 淀粉指示液: 10g/L。

## B.2 韦氏液配制方法

称取10g三氯化碘( $\text{ICl}_3$ )，溶于300mL四氯化碳和700mL冰乙酸中，配制成三氯化碘溶液，用韦氏液校正方法(B.3)校正。

### B.3 韦氏液校正方法

B.3.1 量取 $25\text{mL}\pm0.02\text{mL}$ 三氯化碘溶液于500mL碘量瓶中，加入15mL碘化钾溶液和100mL水，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈淡黄色，加入1mL淀粉指示液，用力振荡，继续滴定至蓝色刚刚消失，即为终点。消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积应在 $34\text{mL}\sim37\text{mL}$ 范围内，否则需加入四氯化碳和冰乙酸的混合溶液 ( $V_1:V_2=3:7$ ) 或三氯化碘溶液来调整。溶液中碘的质量 $E$ 按式(B.1)计算。

$$E = \frac{V_1 V_2 cM / 1000}{25.00} \quad \dots \dots \dots \text{(B. 1)}$$

式中：

$V_1$ ——配制三氯化碘溶液的总体积，单位为毫升（mL）；

$V_2$ ——消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液(B.1.6)的体积数值,单位为毫升(mL);

*c*——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

25.00——试料的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$M$ ——碘的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=126.9$ ）。

B.3.2 在三氯化碘溶液中加入  $(0.55 \times E)$  g 碘片，待碘完全溶解后，吸取 25.00 mL 溶液按上述方法用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积应在  $(1.505 \sim 1.510) V_2$  之间。若少于  $1.505 V_2$  时，再加碘片调节；若高于  $1.510 V_2$  时，则加入预先留出的 100 mL 三氯化碘溶液调节。

B.3.3 韦氏液配制后于暗处三天后方可使用。