



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，
组织状态	粉状或块状固体	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/ %	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：

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

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:

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

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:

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

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 0.000 1g，置于 250mL 磨口锥形瓶中，加入 $(25\pm0.02)\text{mL}$ 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_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：

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

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0.0001g，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：

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

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_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 $(5\pm0.02)\text{mL}$ 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3 μg 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。