



中 华 人 民 共 和 国 国 家 标 准

GB 25552—2010

食品安全国家标准
食品添加剂 山梨醇酐单棕榈酸酯
(司盘 40)

2010-12-21 发布

2011-02-21 实施

中 华 人 民 共 和 国 卫 生 部 发 布

前 言

本标准的附录 A 为规范性附录。

食品安全国家标准

食品添加剂 山梨醇酐单棕榈酸酯（司盘 40）

1 范围

本标准适用于棕榈酸与失水山梨醇酯化反应制得的食品添加剂山梨醇酐单棕榈酸酯（司盘 40）。

2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

3 技术要求

3.1 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	蜡状物	

3.2 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/%	63~71	附录 A 中 A.4
多元醇，w/%	33~38	附录 A 中 A.5
酸值(以 KOH 计)/(mg/g) ≤	7	附录 A 中 A.6
皂化值(以 KOH 计)/(mg/g)	140~155	附录 A 中 A.7
羟值(以 KOH 计)/(mg/g)	270~305	附录 A 中 A.8
水分，w/% ≤	1.5	附录 A 中 A.9
灼烧残渣，w/% ≤	0.50	附录 A 中 A.10
砷(As)/(mg/kg) ≤	3	附录 A 中 A.11
铅(Pb)/(mg/kg) ≤	2	附录 A 中 A.12

附 录 A

(规范性附录)

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 210 (mg/g) ~ 225 (mg/g) (以 KOH 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，3 次用 20mL 热水洗涤，冷却后将洗液与下层溶液合并于 500mL 分液漏斗中，3 次用 100mL 石油醚提取，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 $(25\pm 0.02)\text{mL}$ 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：

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

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1g实验室样品，精确至0.000 1g，置于250mL磨口锥形瓶中，加入 $(5\pm 0.02)\text{mL}$ 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:

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

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 灼烧残渣的测定

按GB/T 7531进行。灼烧温度为(850±25)℃。

A.11 砷的测定

按GB/T 5009.76砷斑法进行。按“湿法消解”法处理样品,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.12 铅(Pb)的测定

A.12.1 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.12.2 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。
