



中华人民共和国国家标准

GB 25553—2010

食品安全国家标准
食品添加剂 聚氧乙烯（20）山梨醇酐单
硬脂酸酯（吐温 60）

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 聚氧乙烯（20）山梨醇酐单硬脂酸酯（吐温 60）

1 范围

本标准适用于以山梨醇酐单硬脂酸酯和环氧乙烷为原料，经加成反应制得食品添加剂聚氧乙烯（20）山梨醇酐单硬脂酸酯（吐温 60）。

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	常温下为淡黄色	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。
组织性状	常温下为膏状物	

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
酸值(以 KOH 计)/(mg/g)	≤ 2.0	附录 A 中 A.4
皂化值(以 KOH 计)/(mg/g)	45~55	附录 A 中 A.5
羟值(以 KOH 计)/(mg/g)	81~96	附录 A 中 A.6
水分, w/%	≤ 3.0	附录 A 中 A.7
灼烧残渣, w/%	≤ 0.25	附录 A 中 A.8
砷(As)/(mg/kg)	≤ 3	附录 A 中 A.9
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 2	附录 A 中 A.10
氧乙烯基(以 C ₂ H ₄ O 计), w/%	65.0~69.5	GB/T 7385

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 试剂和材料

A.3.1.1 氢氧化钠溶液：43g/L。

A.3.1.2 硫氰酸钴铵溶液：硫氰酸铵 17.4g，硝酸钴 2.8g，加水溶解成 100mL。

A.3.1.3 盐酸溶液：23+77。

A.3.2 分析步骤

A.3.2.1 取 1mL 实验室样品，溶于 20 mL 水。取该溶液 10mL，置于 25mL 试管中，加 5mL 硫氰酸钴铵溶液，混匀，加 5mL 三氯甲烷，振摇混合，静置后，三氯甲烷层显蓝色。

A.3.2.2 取 1mL 实验室样品，溶于 20 mL 水。取该溶液 5mL，置于 25mL 试管中，加 5mL 氢氧化钠试液，煮沸数分钟，冷却，用盐酸溶液酸化，显乳白色浑浊。

A.3.2.3 取 6mL 实验室样品，置于 25mL 试管中，加 4mL 水混匀，呈胶状物。

A.4 酸值的测定

A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 异丙醇。

A.4.1.2 甲苯。

A.4.1.3 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.1\text{mol/L}$ 。

A.4.1.4 酚酞指示液：10g/L。

A.4.2 分析步骤

称取约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.4.3 结果计算

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：

$$w_1 = \frac{V_1 c M}{m_1} \dots\dots\dots(A.1)$$

式中:

V_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液(A.4.1.3)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.5 皂化值的测定

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 无水乙醇。

A.5.1.2 氢氧化钾乙醇溶液: 40g/L。

A.5.1.3 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.5\text{mol/L}$ 。

A.5.1.4 酚酞指示液: 10g/L。

A.5.2 分析步骤

称取约 2.5g 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。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.5.3 结果计算

皂化值 w_2 ,以氢氧化钾(KOH)计,数值以毫克每克(mg/g)表示,按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{(V_0 - V_2)cM}{m_2} \dots\dots\dots(A.2)$$

式中:

V_2 ——试料消耗盐酸标准滴定溶液(A.5.1.3)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.5.1.3)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.6 羟值的测定

A.6.1 试剂和材料

A.6.1.1 吡啶:以酚酞为指示剂,用 $c(\text{HCl})=0.1\text{mol/L}$ 盐酸溶液中和。

A.6.1.2 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.6.1.3 乙酰化剂:乙酸酐与吡啶按 1+3 混匀,贮存于棕色瓶中。

A.6.1.4 氢氧化钾乙醇标准滴定溶液: $c(\text{KOH})=0.5\text{mol/L}$ 。

A.6.1.5 酚酞指示液：10g/L。

A.6.2 分析步骤

称取约2.2g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.6.3 结果计算

羟值 w_3 ，以氢氧化钾(KOH)计，数值以毫克每克(mg/g)表示，按式(A.3)计算：

$$w_3 = \frac{(V_0 - V_3)cM}{m_3} + \frac{V_4cM}{m_0} \dots\dots\dots(A.3)$$

式中：

V_3 ——试料消耗氢氧化钾乙醇标准滴定溶液(A.6.1.4)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.6.1.4)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.6.1.4)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2(mg/g)。

A.7 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5mL±0.02mL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.8 灼烧残渣的测定

按GB/T 7531进行。灼烧温度为850℃±25℃。

A.9 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10mL±0.02mL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3mL±0.02mL砷(As)标准溶液(相当于3μg As)，与试样同时同样处理。

A.10 铅的测定

A. 10.1 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. 10.2 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。
