



中华人民共和国国家标准

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）

2010-12-21 发布

2011-02-21 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

本标准代替 GB 13482—1992《食品添加剂 山梨醇酐单油酸酯（斯潘 80）》。

本标准与 GB 13482—1992 相比主要变化如下：

- 标准名称由“食品添加剂 山梨醇酐单油酸酯（斯潘 80）”修改为“食品添加剂 山梨醇酐单油酸酯（司盘 80）”；
- 增设了铅项目，取消了重金属项目；
- 脂肪酸指标由 71%~75%修改为 73%~77%，多元醇指标由 29.5%~33.5%修改为 28%~32%。

本标准的附录 A 和附录 B 为规范性附录。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 13482—1992。

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，经酯化反应制得食品添加剂山梨醇酐单油酸酯（司盘 80）。

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	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，在自然光线下，目视观察。
组织性状	黏稠油状液体	

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/%	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

(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0.0001g，置于干燥的500mL碘量瓶中，加入10mL四氯化碳溶解。加入25mL±0.02mL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：

$$w_1 = \frac{(V_0 - V)cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(\text{A.1})$$

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, 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, 得到回收的黏稠物 D 作为脂肪酸的质量。称量后的黏稠物 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：

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

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 0.0001g，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：

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

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 $5\text{mL}\pm 0.02\text{mL}$ 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：

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

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 0.000 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 5099.76 砷斑法的规定进行。按“湿法消解”处理样品，测定时量取 10mL±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 3mL±0.02mL 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 5099.75 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
(规范性附录)
脂肪酸碘值测定中韦氏液的配制

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（ 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 $25\text{mL}\pm 0.02\text{mL}$ 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34mL~37mL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。

$$E = \frac{V_1 V_2 c M / 1000}{25.00} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

- V_1 ——配制三氯化碘溶液的总容积，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25.00mL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 $1.505V_2$ 时，再加碘片调节；若高于 $1.510V_2$ 时，则加入预先留出的100mL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。