



# 中华人民共和国国家标准

GB 29220—2012

---

## 食品安全国家标准 食品添加剂 山梨醇酐三硬脂酸酯（司盘 65）

2012-12-25 发布

2013-01-25 实施

---

中华人民共和国卫生部 发布

# 食品安全国家标准

## 食品添加剂 山梨醇酐三硬脂酸酯（司盘 65）

### 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三硬脂酸酯（司盘 65）。

### 2 化学名称

山梨醇酐三硬脂酸酯

### 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  | 常温下为黄色至白色 | 取适量试样，置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下目视观察色泽和状态 |
| 状态  | 常温下为蜡状固体  |                                    |

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/%             | 85~92   | 附录 A 中 A.4             |
| 多元醇，w/%             | 14~21   | 附录 A 中 A.5             |
| 酸值（以 KOH 计）/（mg/g）  | ≤ 15    | 附录 A 中 A.6             |
| 皂化值（以 KOH 计）/（mg/g） | 176~188 | 附录 A 中 A.7             |
| 羟值（以 KOH 计）/（mg/g）  | 66~80   | 附录 A 中 A.8             |
| 水分，w/%              | ≤ 1.5   | 附录 A 中 A.9             |
| 灼烧残渣，w/%            | ≤ 0.50  | GB/T 7531 <sup>a</sup> |
| 铅（Pb）/（mg/kg）       | ≤ 2     | GB 5009.12             |
| 凝固点/℃               | 47~50   | 附录 A 中 A.10            |

<sup>a</sup>灼烧温度为850℃±25℃。

## 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。试验方法中所用溶液在未指明溶剂时，均指水溶液。

## 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：10 g/L。

## A.3.1.2 分析步骤

称取约 3 g A.4.3.2 中的凝固物 D，精确至 0.001 g，置于锥形瓶中，加入 50 mL 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 30 s 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：

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

式中：

$V_1$ —— 氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，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)；

$m$ —— 试样质量的数值，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 190mg/g~220mg/g。

## A.3.2 多元醇显色试验

## A.3.2.1 试剂和材料

A.3.2.1.1 硫酸。

A.3.2.1.2 邻苯二酚溶液：100 g/L，现用现配。

### A.3.2.2 分析步骤

取 A.5.2 中的黏稠物 E 约 2 g，加入 2 mL 邻苯二酚溶液，混匀；再加 5 mL 硫酸混匀，应显红或红褐色。

## 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 25 g 试样，精确至 0.01 g。置于 500 mL 烧瓶中，加入 250 mL 乙醇（95%）和 7.5 g 氢氧化钾。连接冷凝器，置于水浴中加热回流 2 h。将皂化物转移至 800 mL 烧杯中，用约 200 mL 水洗涤烧瓶并转移至该烧杯中。将烧杯置于水浴上，蒸发直至乙醇挥发逸尽。用热水调节溶液的体积至约 250 mL，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 °C 质量恒定的 250 mL 烧杯中，3 次用 20 mL 热水洗涤，冷却后将洗液与下层溶液合并于 500 mL 分液漏斗中，3 次用 100 mL 石油醚提取，静置分层。将下层溶液 B 转移至 800 mL 烧杯中；合并石油醚提取液于第二个 500 mL 分液漏斗中，3 次用 100 mL 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，在水浴上浓缩至 100 mL，于 80 °C 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 用作脂肪酸酸值的测定。

### A.4.4 结果计算

脂肪酸的质量分数  $w_2$ ，按式（A.2）计算：

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

式中：

$m_1$ ——250 mL 烧杯质量的数值，单位为克(g)；

$m_2$ ——250 mL 烧杯加凝固物 D 的质量的数值，单位为克(g)；

$m$ ——试样质量的数值，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应大于 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：100 g/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)。将此溶液置于水浴上蒸发至白色结晶析出。然后 4 次用 150 mL 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 (滤板孔径 5 μm~15 μm) 过滤, 无水乙醇洗涤。滤液转移至另一个 800 mL 烧杯中, 在水浴上浓缩至约 100 mL。再转移至预先在 80 °C 干燥至质量恒定的 250 mL 烧杯中, 继续蒸发至黏稠状。在 80 °C 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

多元醇的质量分数  $w_3$ , 按式 (A.3) 计算:

$$w_3 = \frac{m_4 - m_3}{m} \times 100\% \quad \text{..... (A.3)}$$

式中:

$m_3$ ——250mL 烧杯的质量, 单位为克(g);

$m_4$ ——250mL 烧杯加黏稠物 E 的质量, 单位为克(g);

$m$ ——A.4.4 中试样质量的数值, 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应大于 1 %。

## A.6 酸值 (以 KOH 计) 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: 10 g/L。

### A.6.2 分析步骤

称取约 2.5 g 试样, 精确至 0.000 2 g, 置于锥形瓶中, 加入异丙醇和甲苯各 40 mL, 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 30 s 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:

$$w_4 = \frac{V_2 \times c \times M}{m} \quad \text{..... (A.4)}$$

式中:

$V_2$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值, 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);

$m$ ——试样质量的数值, 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应大于 0.2 mg/g。

## A.7 皂化值 (以 KOH 计) 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：40 g/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：10 g/L。

### A.7.2 分析步骤

称取约 2 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 250 mL 磨口锥形瓶中，加入 25 mL ± 0.02 mL 氢氧化钾乙醇溶液，连接冷凝管，于沸水浴中回流 1 h，稍冷后用 10 mL 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颜色刚刚消失，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，对不加试样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：

$$w_5 = \frac{(V_0 - V_3) \times c \times M}{m} \dots\dots\dots (\text{A.5})$$

式中：

$V_0$ ——试样消耗盐酸标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V_3$ ——空白试验消耗盐酸标准滴定溶液体积的数值，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）；

$m$ ——试样质量的数值，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应大于 1 mg/g。

## A.8 羟值（以KOH计）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：10 g/L。

### A.8.2 分析步骤

称取约 1.2 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 250 mL 磨口锥形瓶中，加入 5 mL ± 0.02 mL 乙酰化剂，连接冷凝管，在水浴上加热回流 1 h。从冷凝管上端加入 10 mL 水于锥形瓶中，继续加热 10 min 后，冷却至室温。用 15 mL 正丁醇冲洗冷凝管，拆下冷凝管，再用 10 mL 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，对不加试样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 10 g 试样，精确至 0.01 g。置于锥形瓶中，加入 30 mL 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：

$$w_6 = \frac{(V_0 - V_4) \times c \times M}{m} + \frac{V_5 \times c \times M}{m_5} \dots\dots\dots(A.6)$$

式中：

$V_4$ ——试样消耗氢氧化钾乙醇标准滴定溶液体积的数值，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体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V_5$ ——校正游离酸消耗氢氧化钾乙醇标准滴定溶液体积的数值，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）；

$m$ ——羟值测定时试样质量的数值，单位为克（g）；

$m_5$ ——校正游离酸测定时试样质量的数值，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应大于4mg/g。

## A.9 水分的测定

称取约 0.6 g 试样，精确至 0.000 2 g。置于 25 mL 烧杯中，加入少量三氯甲烷加热溶解并转移至 25 mL 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 mL±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应大于 0.05%。

## A.10 凝固点的测定

### A.10.1 仪器和设备

玻璃管：长100 mm，直径25 mm，壁厚1 mm。

### A.10.2 分析步骤

在玻璃管中加入约5 g试样，缓慢加热至试样溶解，并使温度略高于凝固点15℃~20℃，将玻璃管置于透明玻璃瓶（长150 mm，直径70 mm）中，用带孔的盖子盖住玻璃瓶，将标准温度计置于溶解的试样中，搅拌。如需要冷却，缓慢搅拌直到温度计水银柱上升状态30 s不变，停止搅拌使温度计在试样中间，观察水银柱上升，读取水银柱上升的最大温度值为凝固点。