

# 中华人民共和国国家标准

**GB** 25554 - 2010

# 食品安全国家标准 食品添加剂 聚氧乙烯(20)山梨醇酐单油 酸酯(吐温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)山梨醇酐单油酸酯(吐温80)

#### 1 范围

本标准适用于以山梨醇酐单油酸酯和环氧乙烷为原料,经加成反应制得的食品添加剂聚氧乙烯(20)山梨醇酐单油酸酯(吐温 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	常温下为淡黄色	取适量实验室样品,置于清洁、干燥的玻璃管中,	
组织状态    常温下为油状物		在自然光线下,目视观察。	

#### 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)		65~80	附录 A 中 A.6
水分, w/%	$\forall$	3.0	附录 A 中 A.7
灼烧残渣,w/%	$\forall$	0.25	附录 A 中 A.8
砷(As)/(mg/kg)	$\forall$	3	附录 A 中 A.9
铅(Pb)/(mg/kg)	$\forall$	2	附录 A 中 A.10
氧乙烯基(以 C <sub>2</sub> H <sub>4</sub> 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 氢氧化钠溶液,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 方法提要

样品加热溶于异丙醇和甲苯,以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,计算以氢氧化钾(KOH)计,数值以毫克每克(mg/g)表示的酸值。

#### A. 4. 2 试剂和材料

- A. 4. 2. 1 异丙醇。
- A. 4. 2. 2 甲苯。
- A. 4. 2. 3 氢氧化钠标准滴定溶液: c (NaOH) =0.1mol/L。
- A. 4. 2. 4 酚酞指示液: 10g/L。

#### A. 4. 3 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. 4 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:

$$w_1 = \frac{V_1 cM}{m_1} \tag{A.1}$$

式中:

 $V_I$ ——氢氧化钠标准滴定溶液(A.4.2.3)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(HCl)=0.5mol/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:

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

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 (HCl) =0.1mol/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(KOH)=0.5mol/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0.000 1g,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:

$$w_3 = \frac{(V_0 - V_3)cM}{m_3} + \frac{V_4 cM}{m_0}$$
 (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0.000 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( $10\pm0.02$ ) 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( $3\pm0.02$ ) mL 砷(As)标准溶液(相当于  $3\mu$ g 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。