

中华人民共和国国家标准

食品添加剂 蒸馏单硬脂酸甘油酯

GB 15612—1995

Food additive
Distilled glycerin monostearate

1 主题内容与适用范围

本标准规定了食品添加剂蒸馏单硬脂酸甘油酯的技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存等。

本标准适用于氢化棕榈油与甘油反应,经分子蒸馏装置提纯而成的蒸馏单硬脂酸甘油酯,在食品工业中作为乳化剂。

2 引用标准

- GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB 618 化学试剂 结晶点测定方法
- GB 1986 食品添加剂 单硬脂酸甘油酯(40%)
- GB 8450 食品添加剂中砷的测定方法
- GB 8451 食品添加剂中重金属限量试验法

3 技术要求

3.1 感官指标:乳白色或浅黄色蜡状或粉状固体,无臭无味。

3.2 理化指标:见下表。

项 目		指 标
单硬脂酸甘油酯含量,%	≥	90.0
碘 值	≤	4.0
凝固点,℃		60.0~70.0
游离酸(以硬脂酸计),%	≤	2.5
砷(As),%	≤	0.0001
重金属(以Pb计),%	≤	0.0005

国家技术监督局 1995-07-06 批准

1996-04-01 实施

4 试验方法

4.1 感官指标检验

4.1.1 外观检查:以正常视力在自然光下目测。

4.1.2 气味检验:以正常嗅觉闻不到臭味或油脂的哈败气味。

4.2 理化指标检验

4.2.1 单硬脂酸甘油酯含量

4.2.1.1 试剂和溶液

a. 甘油(GB 687):分析纯。

b. 高碘酸(HG/T 3-1086),分析纯:2.7 g 高碘酸溶于 50 mL 蒸馏水中,然后再加 950 mL 冰乙酸,将溶液避光保存。

c. 冰乙酸(GB 676):分析纯。

d. 三氯甲烷(GB 682):分析纯。

e. 高氯酸(GB 623),分析纯,56%溶液:10 mL 高氯酸(约 70%浓度),加 4.4 mL 冰乙酸,摇匀即成(即配即用)。

f. 碘化钾(GB 1272),分析纯,15%溶液:15 g 碘化钾用水定容于 100 mL 容量瓶,贮存于棕色瓶中。

g. 1%淀粉指示液:按 GB 603 方法配制。

h. 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液:按 GB 601 方法配制和标定。

4.2.1.2 试剂的适用性鉴别

4.2.1.2.1 高碘酸的测定:将 0.5~0.6 g 甘油溶于 50 mL 蒸馏水中,加入 50 mL 高碘酸溶液,另加 50 mL 高碘酸溶液于 50 mL 蒸馏水中作一空白对照。将制备的溶液和空白试剂放置 30 min,然后按照 4.2.1.4 的操作步骤分别进行滴定。用空白滴定校正后,高碘酸溶液的滴定比值应在 0.75~0.76 之间,否则此高碘酸试剂不符合本实验要求。

4.2.1.2.2 三氯甲烷的测定:取两份 50 mL 高碘酸溶液(经以上检测符合要求的),分别加入 50 mL 三氯甲烷和 50 mL 蒸馏水,然后按 4.2.1.4 方法滴定。两者的滴定值之差应不高于 0.5 mL,否则此三氯甲烷试剂不符合本实验要求。

4.2.1.3 样品的制备

样品必须是均质的,如果需要熔化,熔化的温度不应超过其凝固点 10℃,过分加热会导致样品的单硬脂酸甘油酯含量减少。若样品含有游离甘油,这类样品应在激烈搅拌下完全熔化均一后才取样称量并测定。

4.2.1.4 操作步骤

称取样品 0.15~0.17 g(准确至 0.000 2 g),将样品溶解在三氯甲烷中,移入 50 mL 容量瓶内,以三氯甲烷定容,充分摇匀,然后全部倒入 250 mL 分液漏斗,并加 50 mL 蒸馏水,分四次冲洗干净器皿,一起并入分液漏斗,加塞塞紧,激烈摇动内容物 1 min(中间倒置排气两次),然后静置到混合物水相和三氯甲烷层分开,约需 1~3 h(如形成乳化液,不能分离时,可用 50 mL 5%乙酸溶液代替蒸馏水重做),分离后,三氯甲烷层必须是澄清的,或稍有混浊。

用移液管吸 25.00 mL 高碘酸试液于 500 mL 碘量瓶中,加入 25.00 mL 三氯甲烷样品溶液,另加入 0.04 mL 56%的高氯酸溶液,振摇碘量瓶,使轻轻地混合。空白对照与样品测定相同,不同的只是用 25 mL 三氯甲烷代替样品溶液。暗处放置 30 min,使充分作用[注意:此时温度(即液温)绝不许超过 20℃,若气温过高,可用冰水隔层冷却]。加入 15%碘化钾溶液 10 mL,振摇混合,放置 1~5 min,避免强烈阳光。加入 100 mL 冷蒸馏水,电磁搅拌混合,并以 0.1 mol/L 标准硫代硫酸钠溶液进行滴定。滴至水中碘由棕色至浅黄,加入 1%淀粉指示液 2 mL,继续滴定至蓝色完全消失(注意:应激烈搅拌,必须使

三氯甲烷层内碘完全转入水层)为止,记录消耗硫代硫酸钠标准溶液毫升数,同样做空白试验。样品所消耗的硫代硫酸钠标准溶液的量与空白滴定消耗硫代硫酸钠标准溶液的量之比,其值应为 0.8 或稍大些;否则可用一个量小些的样品重新测定。若空白滴定数减去样品滴定数少于 2 mL 时,则用一个稍大些的样品,重新测定。

4.2.1.5 结果计算

$$X = \frac{1.15(V_0 - V_1) \times c \times 0.3445}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: X ——单硬脂酸甘油酯含量, %;

1.15——校正系数;

V_0 ——空白滴定消耗硫代硫酸钠标准溶液体积, mL;

V_1 ——样品滴定消耗硫代硫酸钠标准溶液体积, mL;

c ——硫代硫酸钠标准溶液的实际浓度, mol/L;

m ——样品质量, g;

0.3445——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的单硬脂酸甘油酯的平均质量。

4.2.1.6 允许差

实验结果以两次平行测定结果的算术平均值为准(保留两位小数)。两次平行测定结果允许差为 1.00%。

4.2.2 碘值

4.2.2.1 试剂和溶液

a. 盐酸(GB 622):化学纯,密度 1.19 kg/L。

b. 高锰酸钾(GB 643):化学纯。

c. 碘(GB 675):化学纯。

d. 冰乙酸(GB 676):化学纯。

e. 三氯甲烷(GB 682):化学纯。

f. 碘化钾(GB 1272):化学纯,15%溶液。

g. 0.5%淀粉指示液:按 GB 603 方法配制。

h. 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液:按 GB 601 方法配制和标定。

i. 氯气:用盐酸滴加于高锰酸钾中,使产生的氯气先通入盛有密度 1.84 kg/L 硫酸洗气瓶干燥后,再通入碘溶液中。

j. 韦氏液:先溶 13 g 碘于 1 000 mL 冰乙酸中,溶解时可略加热,溶液盛于 1 000 mL 棕色瓶里,冷却后作为碘溶液。从中倒出 100~200 mL 于另一棕色瓶中,置阴暗处供调整韦氏溶液之用。再通氯气于所剩碘溶液内,待其色由深色渐渐变淡直至橘红色透明为止。氯气通入量应使滴定所耗用硫代硫酸钠溶液量接近未通氯气前耗用硫代硫酸钠溶液量的一倍。通氯气也可适当过量,然后用预先留存之碘液加以调整。其校正方法为:各取 25 mL 碘液及新配制的韦氏溶液,加入 15%碘化钾溶液 20 mL,再各加 100 mL 蒸馏水,用 0.1 mol/L 硫代硫酸钠溶液滴定至溶液呈淡黄色时,加 1~2 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失为止。新配制的韦氏溶液所消耗的硫代硫酸钠溶液量应将近一倍于碘溶液。

4.2.2.2 操作步骤

称取样品 2 g(准确至 0.000 2 g)于碘量瓶中,加入 20 mL 三氯甲烷,待样品溶解后由滴定管加入 10 mL 韦氏溶液,摇匀,以少量 15%碘化钾溶液湿润瓶塞,在 15~20℃放置暗处 30 min 后取出,再加入 15%碘化钾溶液 20 mL 及 100 mL 蒸馏水,用 0.1 mol/L 硫代硫酸钠溶液滴定,至溶液呈淡黄色时,加

入 1~2 mL 0.5% 淀粉指示液,再继续滴定至溶液蓝色消失为止。同时在相同条件下做空白试验。

4.2.2.3 结果计算

$$X_1 = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times 0.2538}{m} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中: X_1 ——碘值;

V_0 ——空白试验所用硫代硫酸钠标准溶液体积, mL;

V_1 ——试样所用硫代硫酸钠标准溶液体积, mL;

c ——硫代硫酸钠标准溶液的实际浓度, mol/L;

m ——样品质量, g;

0.2538——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的碘的质量。

4.2.2.4 允许差

实验结果以两次平行测定结果的算术平均值为准(保留两位小数)。两次平行测定结果允许差为 0.20%。

4.2.3 凝固点的测定

按 GB 618 之规定进行。

4.2.4 游离酸的测定

4.2.4.1 试剂和溶液

a. 95% 乙醇 (GB 679): 分析纯。

b. 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液: 按 GB 601 方法配制。

c. 1% 酚酞指示液: 按 GB 603 方法配制。

4.2.4.2 操作步骤

称取样品 4 g (准确至 0.001 g), 置于锥形瓶中, 加 80~90 mL 中性乙醇, 加热使其溶解后滴入 5~6 滴酚酞指示液, 立即以 0.1 mol/L 氢氧化钠标准溶液滴定至呈微红色, 并维持 30 s 不褪色为终点。

4.2.4.3 结果计算

$$X_2 = \frac{V \times c \times 0.2845}{m} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中: X_2 ——游离酸含量, %;

V ——滴定消耗氢氧化钠标准溶液体积, mL;

c ——氢氧化钠标准溶液的实际浓度, mol/L;

0.2845——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的硬脂酸的质量;

m ——样品质量, g。

4.2.4.4 允许差

实验结果以两次平行测定结果的算术平均值为准(保留两位小数)。两次平行测定结果允许差为 0.02%。

4.2.5 砷的测定

称取样品 5 g (称准至 0.1 g), 按 GB 8450 中经干法消化之砷斑法进行。

4.2.6 重金属的测定

称取样品 5 g(称准至 0.1 g),按 GB 8451 中经干法消化之规定进行。

5 检验规则

- 5.1 本产品由生产厂的质量检验部门进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品均符合本标准的要求。
- 5.2 每批产品出厂检验项目为感官、含量、凝固点、游离酸等四项。型式检验项目有碘值、砷、重金属三项,正常生产时每三个月进行一次。
- 5.3 本产品经最后混合具有质量均匀性的产品为一批。
- 5.4 抽样时应从每批箱数(n)中取数量为 $\sqrt{n}+1$ 的样箱,小批时不得少于 3 箱。从样箱中均匀取样,取样质量不得少于 100 g。将所取的试样混匀,分装两个清洁干燥样瓶中,一瓶作分析用,另一瓶作留样,并在样瓶上标明生产日期、产品名称及批号。
- 5.5 如果检验结果中有任何一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中抽样进行复验,复验结果不合格者,则整批产品作不合格处理。
- 5.6 如果供需双方对产品质量发生异议时,由法定仲裁单位进行仲裁。

6 标志、包装、运输、贮存

- 6.1 包装上应涂有牢固的标志,标有“食品添加剂”字样,并标明生产厂名称、厂址、商标、产品名称、生产日期、批号、净重、保质期和产品标准代号、顺序号及生产许可证号。包装内应有质量检验合格证。
- 6.2 本产品包装内衬为食品用聚乙烯袋或洁净牛皮纸,装入木箱或纸箱中,再用塑料带加固,每箱净重 10 kg 或 20 kg。
- 6.3 本产品在运输中应注意防雨、防潮、防晒。搬运装卸应小心轻放,避免破损污染。
- 6.4 本产品应贮存在阴凉、干燥库房中,室温不得超过 40℃,应垫离地面 10 cm 以上,防止受潮。本产品从生产日期起,在原包装条件下保质期为两年。
- 6.5 本产品在贮运中不得与有毒物质混装、混运、混放。

附录 A

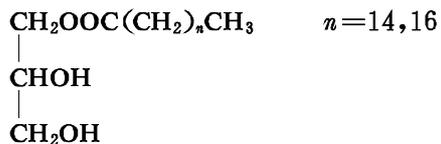
蒸馏单硬脂酸甘油酯名称说明、化学式及相对分子质量
(参考件)

A1 名称说明

本标准中蒸馏单硬脂酸甘油酯是单硬脂酸和棕榈酸混合酸甘油酯,其含量大于或等于 90%。

A2 化学式

A2.1 结构式



A2.2 实验式



A3 相对分子质量

A3.1 实验式中 $n=19$ 时,按 1987 年国际相对原子质量计:330.50。

实验式中 $n=21$ 时,按 1987 年国际相对原子质量计:358.56。

A3.2 本产品按平均相对分子质量计:344.53

附加说明:

本标准由中国轻工总会提出。

本标准由全国食品发酵标准化中心、卫生部食品卫生监督检验所归口。

本标准由广州食品添加剂技术开发公司负责起草,由广东省食品卫生监督检验所协助起草。

本标准主要起草人谢国强、陈志伟、梁颖涛、黄庆瑞、戴滢。