



中华人民共和国国家标准

GB 1886.39—2015

食品安全国家标准 食品添加剂 山梨酸钾

2015-09-22 发布

2016-03-22 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本标准代替 GB 13736—2008《食品添加剂 山梨酸钾》。

本标准与 GB 13736—2008 相比,主要变化如下:

——标准名称修改为“食品安全国家标准 食品添加剂 山梨酸钾”。

食品安全国家标准

食品添加剂 山梨酸钾

1 范围

本标准适用于以山梨酸和碳酸钾(或氢氧化钾)用水为溶剂反应制得的食品添加剂山梨酸钾。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

2.1 化学名称

反,反-2,4-己二烯酸钾

2.2 分子式

$C_6H_7KO_2$

2.3 结构式

$CH_3CH=CHCH=CHCOOK$

2.4 相对分子质量

150.22(按 2007 年国际相对原子质量)

3 技术要求

3.1 感官要求

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	白色或类白色	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下,观察色泽和状态
状态	粉末或颗粒	

3.2 理化指标

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
山梨酸钾(以 $C_6H_7KO_2$ 计)(以干基计), $w/\%$	98.0~101.0	附录 A 中 A.4
干燥减量, $w/\%$	≤ 1.0	附录 A 中 A.5
氯化物(以 Cl 计), $w/\%$	≤ 0.018	附录 A 中 A.6
硫酸盐(以 SO_4 计), $w/\%$	≤ 0.038	附录 A 中 A.7
醛(以 HCHO 计), $w/\%$	≤ 0.1	附录 A 中 A.8
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤ 10.0	GB 5009.74
砷(As)/(mg/kg)	≤ 3.0	GB 5009.76
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 2.0	GB 5009.75
澄清度	通过试验	附录 A 中 A.9
游离碱	通过试验	附录 A 中 A.10

附录 A 检验方法

A.1 警示

本标准的检验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时应小心谨慎。如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。使用剧毒品时,应严格按照有关规定管理;使用时应避免吸入或与皮肤接触,必要时应在通风橱中进行。

A.2 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准溶液、杂质测定用标准溶液、制剂和制品,在没有注明其他要求时均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液。

A.3 鉴别试验

A.3.1 方法原理

A.3.1.1 山梨酸钾与酒石酸氢钠反应生成难溶于乙醇的酒石酸钾白色沉淀。

A.3.1.2 山梨酸钾和溴发生加成反应而使溴的棕黄色消失。

A.3.1.3 山梨酸钾中的不饱和基团在紫外光区有特征吸收。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 无水乙醇。

A.3.2.2 盐酸溶液:1+3。

A.3.2.3 酒石酸氢钠饱和溶液。

A.3.2.4 溴饱和溶液。

A.3.2.5 盐酸溶液:9+1 000。

A.3.3 仪器和设备

紫外分光光度仪。

A.3.4 分析步骤

A.3.4.1 称取 1 g 试样,精确至 0.01 g,溶于 100 mL 水中,在 5 mL 该试样溶液中加入 5 mL 饱和酒石酸氢钠溶液和 5 mL 无水乙醇,摇匀,应有白色透明的沉淀物生成。

A.3.4.2 称取 1 g 试样,精确至 0.01 g,溶于 100 mL 水中,在 10 mL 该试样溶液中,加丙酮 1 mL,滴加盐酸溶液(A.3.2.2)使成弱酸性后,加溴溶液 2 滴摇匀时,溴的颜色应消失。

A.3.4.3 称取 50 mg 试样,精确至 0.1 mg,溶于水,稀释至 250.0 mL,吸取 2.0 mL,用盐酸溶液(A.3.2.5)稀释至 200.0 mL,在 230 nm~350 nm 进行分光光度测定,此溶液应在 264 nm \pm 2 nm 处有最大吸收,最大吸收处的比吸光度应为 1 650~1 900。

A.4 山梨酸钾(以 $C_6H_7KO_2$ 计)(以干基计)的测定

A.4.1 方法提要

干燥试样以冰乙酸为溶剂,乙酸酐为助溶剂,以结晶紫为指示剂,用高氯酸标准滴定溶液滴定,根据消耗高氯酸标准滴定溶液的体积计算山梨酸钾含量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 冰乙酸。

A.4.2.2 乙酸酐。

A.4.2.3 高氯酸标准滴定溶液: $c(HClO_4)=0.1\text{ mol/L}$ 。

A.4.2.4 结晶紫指示液:5 g/L。

A.4.3 分析步骤

A.4.3.1 称取约 0.2 g 干燥物(A.5.2),精确至 0.000 2 g,置于已放有 48 mL 冰乙酸和 2 mL 乙酸酐的 250 mL 碘量瓶中,温热使成溶液。冷却至室温,加 2 滴结晶紫指示液,用高氯酸标准滴定溶液滴定至溶液由紫色变为蓝绿色为终点。

A.4.3.2 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.4.4 结果计算

山梨酸钾(以 $C_6H_7KO_2$ 计)(以干基计)的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{\left[\frac{(V_1 - V_2)}{1\ 000} \right] \times c \times M}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

V_1 ——试样消耗高氯酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验消耗高氯酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

1 000 ——换算系数;

c ——高氯酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——山梨酸钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), $[M(C_6H_7KO_2)=150.2]$;

m ——试样的质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

A.5 干燥减量的测定

A.5.1 方法提要

测量在一定温度下试样中的可挥发性物质的排出量。

A.5.2 分析步骤

称取 2 g~3 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于预先在 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥至质量恒定的称量瓶中,铺成 5 mm 以下的层。在 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 的恒温干燥箱中干燥 3 h,置于干燥器中冷却 30 min 称量。保留干燥

物用于山梨酸钾含量的测定。

A.5.3 结果计算

干燥减量的质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算:

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

式中:

m_2 ——干燥前试样的质量,单位为克(g);

m_1 ——干燥后试样的质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于0.1%。

A.6 氯化物(以 Cl 计)的测定

A.6.1 方法提要

氯化物和硝酸银在酸性(硝酸)溶液中生成氯化银白色沉淀。将试样溶于水,在酸性条件下,加入硝酸银产生白色浑浊,与标准比浊溶液进行比较,做限量试验。

A.6.2 试剂和材料

A.6.2.1 硝酸溶液:1+10。

A.6.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

A.6.2.3 氯化物(Cl)标准溶液:0.18 mg/mL。

A.6.3 分析步骤

称取1 g试样,精确至0.01 g,加水约30 mL溶解,边搅拌边加硝酸溶液11 mL,过滤,水洗,合并洗液和滤液置于100 mL比色管中,加水至50 mL为试验溶液。另取一只比色管,加入1 mL±0.02 mL氯化物(Cl)标准溶液,加30 mL水,加6 mL硝酸溶液及水配至50 mL为标准比浊溶液。分别于两比色管中加入1 mL硝酸银溶液,充分混匀,避开日光直射,放置5 min,在黑色背景下侧面或轴向进行观察,试验溶液的浊度不得大于标准比浊溶液的浊度。

A.7 硫酸盐(以 SO₄ 计)的测定

A.7.1 方法提要

硫酸盐和氯化钡在酸性(盐酸)溶液中,生成硫酸钡白色沉淀,与标准比浊溶液进行比较,做限量试验。

A.7.2 试剂和材料

A.7.2.1 盐酸溶液:1+4。

A.7.2.2 氯化钡溶液:50 g/L。

A.7.2.3 硫酸盐(SO₄)标准溶液:0.19 mg/mL。

A.7.3 分析步骤

称取试样0.5 g,精确至0.01 g,加水约30 mL溶解,边搅拌边加盐酸溶液3 mL,过滤,水洗,合并洗

液和滤液于 100 mL 比色管中,加水至 50 mL,作为试验溶液。

取 1.0 mL 硫酸盐(SO₄)标准溶液于另一支 100 mL 比色管中,加 1 mL 盐酸溶液,加水至 50 mL,作为标准比浊溶液。

同时向试验溶液和标准比浊溶液中各加 5 mL 氯化钡溶液,放置 10 min 后观察,试验溶液的浊度不得大于标准比浊溶液的浊度。

A.8 醛(以 HCHO 计)的测定

A.8.1 方法原理

甲醛与品红亚硫酸起加成反应,由于重排的结果,恢复醌型结构的紫红色物质,与标准比色溶液进行比较,做限量试验。

A.8.2 试剂和材料

A.8.2.1 异丙醇。

A.8.2.2 盐酸溶液:9+100。

A.8.2.3 甲醛标准溶液:0.1 mg/mL。

A.8.2.4 品红-亚硫酸溶液:将 0.2 g 碱性品红溶解于 120 mL 热水中,加入 20 mL 新鲜配制的 100 g/L 亚硫酸钠(NaSO₃·7H₂O)溶液及 2 mL 盐酸,移入锥形瓶中,用棉花团塞住瓶口,置于暗处,隔日后装入棕色瓶中。

A.8.3 分析步骤

称取试样 1 g,精确至 0.01 g,溶于 50 mL 异丙醇及 30 mL 水中,用盐酸溶液调整 pH 至 4(用精密试纸检验),转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。取上述溶液 10 mL 置于 50 mL 比色管中,取 1.0 mL 甲醛标准溶液、4 mL 异丙醇和 5 mL 水注入另一 50 mL 比色管中。然后分别于两比色管中加入 1 mL 品红-亚硫酸溶液,摇匀,放置 30 min 后进行目视比色,试验溶液所呈的红色不得深于标准比色溶液。

A.9 澄清度试验

A.9.1 试剂和材料

A.9.1.1 盐酸溶液:24→1 000。

A.9.1.2 氯化钴(CoCl₂·6H₂O):氯化钴的质量分数按 GB/T 605—2006 进行测定。

A.9.1.3 氯化铁(FeCl₃·6H₂O):氯化铁的质量分数按 HG/T 3474—2000 进行测定。

A.9.1.4 氯化钴标准原液:称取已测定质量分数的氯化钴,用盐酸溶液溶解并稀释,使该溶液 1 mL 中含 59.5 mg 氯化钴。

A.9.1.5 氯化铁标准原液:称取已测定质量分数的氯化铁,用盐酸溶液溶解并稀释,使该溶液 1 mL 中含 45 mg 氯化铁。

A.9.1.6 标准比色原液:取氯化钴标准原液 6 mL 和氯化铁标准原液 24 mL 于 100 mL 容量瓶中,用盐酸溶液稀释至 100 mL。

A.9.1.7 标准比色溶液:取 12.5 mL 标准比色原液于 100 mL 容量瓶中,用盐酸溶液稀释至 100 mL,混合均匀。

A.9.2 分析步骤

称取 0.2 g 试样,精确至 0.01 g,置于 10 mL 比色管中,加 5.0 mL 水溶解,作为试验溶液;取 5 mL 士 0.02 mL 标准比色溶液置于另一只 10 mL 比色管中,在无阳光直射情况下,轴向及侧向观察,试验溶液的颜色不得深于标准比色溶液的颜色。

A.10 游离碱试验

A.10.1 方法提要

以酚酞为指示剂,用规定量的硫酸标准滴定溶液中和。

A.10.2 试剂和材料

A.10.2.1 硫酸标准滴定溶液: $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)=0.100\text{ mol/L}$ 。

A.10.2.2 酚酞指示液:10 g/L。

A.10.3 分析步骤

称取 1.0 g 试样,精确至 0.01 g,溶于约 20 mL 无二氧化碳的水,加 2 滴酚酞指示溶液显红色,再加硫酸标准滴定溶液 0.40 mL,摇匀,红色应消失。
