中华人民共和国国家标准

食品添加剂　山梨酸钾

GB 13736—92

Food additive　Potassium sorbate

1　主题内容与适用范围

本标准规定了食品添加剂山梨酸钾的技术要求、试验方法、检验规则及包装、标志、贮存、运输的各项要求。

本标准适用于以山梨酸和碳酸钾用水或乙醇为溶剂反应制得之山梨酸钾。本产品在食品加工中用作食品防腐剂。

分子式：$C_6H_7KO_2$

结构式：$CH_3CH=CHCH=CHCOOK$

相对分子质量：150.22(按1989年国际相对原子质量)

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 602　化学试剂　杂质测定用标准溶液的制备

GB 603　化学试剂　试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 604　化学试剂　酸碱指示剂pH变色域测定通用方法

GB 605　化学试剂　色度测定通用方法

GB 1621　化学试剂　三氯化铁

GB 6284　化工产品水分含量测定通用方法　重量法

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　外观

本品为白色或微黄色结晶粉末(鳞片状或颗粒状)。

3.2　山梨酸钾应符合下表要求。

项　　目		指　　标
山梨酸钾($C_6H_7KO_2$)含量，%		98.0～102.0
澄清度		合　格
游离碱(以K_2CO_3计)		合　格
干燥失重，%	≤	1
氯化物(以Cl计)，%	≤	0.018

国家技术监督局1992-11-03批准　　1993-06-01实施

续表

项　　目		指　　标
硫酸盐(以 SO_4 计),%	≤	0.038
醛　　(以 HCHO 计),%	≤	0.1
重金属(以 Pb 计),%	≤	0.001
砷　　(以 As 计),%	≤	0.000 3

4　试验方法

本标准所用的试剂和水，在没有其他特殊要求时，均使用现行国家标准或行业标准的分析纯试剂和蒸馏水或相应纯度的水。

试验中所需标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他规定时，均按 GB 601、GB 602、GB 603、GB 604 之规定制备。

4.1　鉴别试验

4.1.1　原理

4.1.1.1　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。

4.1.1.2　山梨酸钾和溴发生加成反应而使溴的棕黄色消失。

4.1.2　试剂和溶液

a.　无水乙醇；

b.　盐酸溶液：(1＋3)；

c.　酒石酸氢钠饱和溶液；

d.　溴饱和溶液。

4.1.3　试验步骤

4.1.3.1　在 5 mL10 g/L 的试样溶液中加入 5 mL 饱和酒石酸氢钠溶液和 5 mL 无水乙醇，摇匀，有白色透明的沉淀物生成。

4.1.3.2　在 10 mL10 g/L 的试样溶液中，加丙酮 1 mL，滴加盐酸溶液使成弱酸性后，加溴溶液 2 滴摇匀时，溴的颜色应消失。

4.2　山梨酸钾含量的测定

4.2.1　非水滴定法(仲裁法)

4.2.1.1　原理

山梨酸钾与高氯酸作用，生成高氯酸钾白色沉淀，通过高氯酸标准滴定溶液消耗的量，求出山梨酸钾含量。

4.2.1.2　试剂和溶液

a.　冰乙酸；

b.　醋酐；

c.　高氯酸标准滴定溶液：$c(HClO_4)=0.100$ mol/L；

d.　结晶紫冰乙酸指示溶液：2 g/L。

4.2.1.3　试验步骤

将实验室样品干燥后，准确称取约 0.3 g(精确至 0.000 2 g)于有 48 mL 冰乙酸和 2 mL 醋酐的碘量瓶中，加 2 滴结晶紫冰乙酸指示溶液，用高氯酸标准滴定溶液滴定至溶液由紫色变蓝色为终点。同时做空白试验。

山梨酸钾质量百分含量(x_1)按式(1)计算：

$$x_1 = \frac{c(V - V_0) \times 0.150\ 2}{m} \times 100 \quad \cdots\cdots(1)$$

式中：V——试样消耗高氯酸标准滴定溶液的体积，mL；

V_0——空白消耗高氯酸标准滴定溶液的体积，mL；

c——高氯酸标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m——试样的质量，g；

0.150 2——与 1.00 mL 高氯酸标准滴定溶液〔$c(HClO_4)=1.000$ mol/L〕相当的以克表示的山梨酸钾的质量。

所得结果应表示至一位小数。

允许差：两次平行测定结果之差不大于 0.2%，取其算术平均值为试验结果。

4.2.1.4 校正

若滴定试样与标定高氯酸标准滴定溶液时，室温差别超过 10 ℃时，则应重新标定，若未超过 10 ℃时，则可根据式(2)将高氯酸标准滴定溶液的浓度 c_1 加以校正。

$$c_2 = \frac{c_1}{1 + 0.001\ 1(t_2 - t_1)} \quad \cdots\cdots(2)$$

式中：t_1——标定高氯酸时的室温，℃；

t_2——滴定试样时的室温，℃；

c_1——t_1 ℃时高氯酸标准滴定溶液的浓度，mol/L；

c_2——t_2 ℃时高氯酸标准滴定溶液的浓度，mol/L；

0.001 1——冰乙酸的膨胀系数。

4.2.2 双相滴定法

4.2.2.1 原理

山梨酸钾用水溶解，加入与水不相溶的乙醚，用盐酸标准滴定溶液滴定。由于在滴定过程中反应生成的山梨酸在水中的溶解度小，而在乙醚中的溶解度大，这样可以将滴定生成的山梨酸不断地萃取到有机相中，从而降低山梨酸的离解，使滴定反应进行完全。

4.2.2.2 试剂和溶液

a. 乙醚；

b. 盐酸标准滴定溶液：$c(HCl)=0.500$ mol/L；

c. 溴甲酚绿-甲基橙混合指示剂水溶液：(1+1)。

4.2.2.3 试验步骤

将实验室样品干燥后准确称取 1.5 g(精确至 0.000 2 g)于 250 mL 锥形瓶中，加 25 mL 水溶解，加 50 mL 乙醚，10 滴混合指示剂水溶液，用盐酸标准滴定溶液滴定，充分振摇，水层由蓝绿色经淡黄绿色，黄色至呈明显橙红色为终点。同时做空白试验。

山梨酸钾质量百分含量(x_2)按式(3)计算：

$$x_2 = \frac{c(V - V_0) \times 0.150\ 2}{m} \times 100 \quad \cdots\cdots(3)$$

式中：c——盐酸标准滴定溶液实际浓度，mol/L；

V——试样消耗盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

V_0——空白消耗盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

m——试样的质量，g；

0.150 2——与 1.00 mL 盐酸标准滴定溶液〔$c(HCl)=1.000$ mL/L〕相当的以克表示的山梨酸钾的质量。

所得结果应表示至一位小数。

允许差：两次平行测定结果差值不大于 0.2%，取其算术平均值为试验结果。

4.3 澄清度的测定

4.3.1 试剂和溶液

a. 盐酸溶液：(1＋40)；

b. 氯化亚钴含量按 GB 605 进行测定；

c. 氯化亚钴比色标准原液：准确称取已测定含量的 $CoCl_2 \cdot 6H_2O$，用盐酸溶液溶解并稀释，使之为：1 mL 溶液中含 $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ 59.5 mg；

d. 氯化铁含量按化学试剂 GB 1621 进行测定；

e. 氯化铁比色标准原液：准确称取已测定含量 $FeCl_3 \cdot 6H_2O$，用盐酸溶液溶解并稀释，使之为：1 mL溶液中含 $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ 45 mg；

f. 比色标准溶液：取氯化亚钴标准原液 0.30 mL 和氯化铁标准原液 1.20 mL 于 10 mL 比色管中混合用水稀释至 5 mL。

4.3.2 试验步骤

称取试样 0.2 g(精确至 0.01 g)于 10 mL 比色管中，加水 5 mL 溶解，其颜色不得深于比色标准溶液。

4.4 游离碱的测定

4.4.1 原理

以酚酞为指示剂，用硫酸标准滴定溶液中和滴定。

4.4.2 试剂和溶液

a. 硫酸标准滴定溶液：$c(\frac{1}{2}H_2SO_4)=0.100$ mol/L 标准滴定溶液；

b. 酚酞乙醇指示溶液：10 g/L。

4.4.3 试验步骤

称取试样 1 g(精确至 0.001 g)，加新煮沸放冷的水约 20 mL 溶解，加 2 滴酚酞指示溶液显红色时，再加硫酸标准滴定溶液 0.40 mL 摇匀，红色应消失。

4.5 干燥失重的测定

按 GB 6284 进行测定。

称取试样 2～3 g(精确至 0.000 2 g)。

4.6 氯化物的测定

4.6.1 原理

氯化物和硝酸银在酸性(硝酸)溶液中生成氯化银白色沉淀。

4.6.2 试剂和溶液

a. 硝酸溶液：(1＋10)；

b. 硝酸银溶液：17 g/L；

c. 盐酸标准溶液：$c(HCl)=0.010$ mol/L。

4.6.3 试验步骤

称取试样 1 g(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，合并洗液和滤液于 100 mL 比色管中，稀释至 50 mL。准确吸取盐酸标准溶液 0.50 mL 和硝酸溶液 6 mL 于另一比色管中稀释至 50 mL 作为标准。分别于两比色管中加入 1 mL 硝酸银溶液，摇匀，放置 5 min 后目视比浊，其浊度不得深于标准。

4.7 硫酸盐的测定

4.7.1 原理

硫酸盐和氯化钡在酸性(盐酸)溶液中，生成硫酸钡白色沉淀。

4.7.2 试剂和溶液

a. 盐酸溶液：(1＋4)；

b. 氯化钡溶液：50 g/L；

c. 硫酸标准溶液：$c(\frac{1}{2}H_2SO_4)=0.010$ mol/L。

4.7.3 试验步骤

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 比色管中稀释至 50 mL。准确吸取硫酸标准溶液 0.40 mL 和盐酸溶液 1 mL 于另一比色管中稀释至 50 mL 作为标准。分别于两比色管中加 5 mL 氯化钡溶液，摇匀，放置 10 min 后目视比浊，其浊度不得深于标准。

4.8 醛的测定

4.8.1 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。

4.8.2 试剂和溶液

a. 异丙醇；

b. 碱性品红；

c. 盐酸溶液：$c(HCl)=1$ mol/L；

d. 亚硫酸钠($Na_2SO_3\cdot 7H_2O$)溶液：100 g/L(临用前配制)；

e. 甲醛标准溶液：1.0 mL 含甲醛 0.1 mg；

f. 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 亚硫酸钠溶液及 2 mL浓盐酸，移入三角瓶中，用棉花团塞住瓶口，置于暗处，隔日后装入棕色瓶中。

4.8.3 试验步骤

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)，转移于 100 mL 容量瓶中，然后用水稀释至刻度。取上述溶液 10 mL 注入 50 mL 比色管中，取 1.00 mL 甲醛标准液，异丙醇 4 mL 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，所呈的红色不得深于标准。

4.9 重金属的测定

按 GB 8451 进行测定。称取试样 5 g(精确至 0.01 g)按“干法消解”法处理。在测定时，吸取 2.0 mL 铅标准液(1.0 mL 含铅 0.01 mg)及 20 mL 试剂空白液于 A 管中；吸取 20 mL 试样溶液(相当于 2 g 试样)于 B 管中；吸取 20 mL 试样溶液和 2.0 mL 铅标准液于 C 管后，按 GB 8451 规定操作。

4.10 砷的测定

按 GB 8450 砷斑法进行测定。称取试样 5 g(精确至 0.01 g)按“湿法消解”法处理。测定时取 10 mL 试样溶液(相当于 1 g 试样)和 3.0 mL 砷标准溶液(相当于 0.003 mgAs)比较。

5 检验规则

5.1 本产品的生产厂应保证产品符合本标准。出厂产品每一包装箱内要附上质量证书一份，内容包括厂名、批号、数量、生产日期、检验员及标准编号。

5.2 使用单位有权按本标准对收到的产品进行质量核验。同一批号作一次验收。

5.3 每批产品不超过 200 kg。

5.4 按 GB 6678 中第 6.6 条规定确定采样单元数。用取样工具伸入每包的四分之三处采样，取到样品充分混匀，用四分法缩分约 250 g 装入洁净、干燥带磨口塞的广口玻璃瓶内，瓶上标签注明：生产厂名、产品名称、批号、取样日期。一瓶由检验部门进行检验，一瓶密封保存半年，以备仲裁。

5.5 验收中的任何一项不符合本标准规定的，应重新从两倍取样量的包装中抽取样品，进行复验，重新

检验结果若仍有一项不合格，则该批产品不能验收。

5.6 如供需双方对产品质量发生异议需仲裁时；按《全国产品质量仲裁检验暂行办法》之规定办理。

6 包装、标志、贮存和运输

6.1 产品应用可作食品包装用的复合薄膜袋为内包装。袋口封扎严实，外用瓦楞纸箱包装，每袋净重0.5 kg，每箱20袋。

6.2 包装应标明“食品添加剂”字样、厂名、产品名称、标准编号、商标、生产日期、批号、净重、件数及“防热”、“防潮”等标志。

6.3 产品贮存于通风干燥库房中，勿使受潮变质，防止有害物质污染。

6.4 运输必须轻卸轻放，不得与毒害品共载运，防止日晒、雨淋和有毒物质污染。在符合规定的贮运条件和包装完整，未经启封情况下，保存期为一年。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部北京化工研究院和卫生部食品卫生监督检验所归口。

本标准由广西南宁食品添加剂厂负责起草。

本标准主要起草人谢镇清。

本标准中山梨酸钾含量双相滴定法由邯郸市卫生防疫站、邯郸市食品添加剂厂负责起草。主要起草人许元杰、焦淑婷、李忠勤、马伟。

本标准参照采用日本食品添加物公定书第五版(1986)年山梨酸钾标准。