



中华人民共和国国家标准

GB 1886.42—2015

食品安全国家标准

食品添加剂 *dl*-酒石酸

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 15358—2008《食品添加剂 *dl*-酒石酸》。

本标准与 GB 15358—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 *dl*-酒石酸”。

食品安全国家标准

食品添加剂 *dl*-酒石酸

1 范围

本标准适用于以顺丁烯二酸酐和过氧化氢为原料经氧化、水解而制得的食品添加剂 *dl*-酒石酸。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

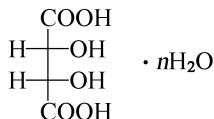
2.1 化学名称

2,3-二羟基丁二酸

2.2 分子式

$C_4H_6O_6 \cdot nH_2O$ (结晶品 $n=1$, 无水晶 $n=0$)

2.3 结构式



2.4 相对分子质量

168.10(结晶品)(按 2007 年国际相对原子质量)

150.09(无水晶)(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
	结 晶 品	无 水 品	
色 泽	无色或白色	白 色	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中, 在自然光下观察其色泽和状态
状 态	结 晶 或 结 晶 粉 末	颗 粒 或 粉 末	

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
<i>dl</i> -酒石酸($C_4H_6O_6$)含量(以干基计), <i>w</i> /%	≥ 99.5	附录 A 中 A.4
熔点范围/℃	200~206	附录 A 中 A.5
干燥减量, <i>w</i> /%	结晶品 ≤ 11.5	附录 A 中 A.6
	无水晶 ≤ 0.5	
灼烧残渣, <i>w</i> /%	≤ 0.1	附录 A 中 A.7
硫酸盐(以 SO_4 计), <i>w</i> /%	≤ 0.04	附录 A 中 A.8
易氧化物	通过试验	附录 A 中 A.9
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤ 10.0	GB 5009.74
砷(As)/(mg/kg)	≤ 2.0	GB 5009.76

附录 A

检验方法

A.1 警示

试验过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和健康措施。

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 的规定制备。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 旋光性试验

称取 1.0 g 试样,精确至 0.01 g,加 10 mL 水溶解,按 GB/T 613 的规定进行测定,应无旋光性。

A.3.2 酸碱性试验

称取 1.0 g 试样,精确至 0.01 g,加 10 mL 水溶解,用蓝色石蕊试纸测试,应呈红色。

A.3.3 酒石酸盐的反应性试验

A.3.3.1 试剂和材料

A.3.3.1.1 硝酸。

A.3.3.1.2 硫酸。

A.3.3.1.3 氢氧化钠溶液:40 g/L。

A.3.3.1.4 硝酸银溶液:20 g/L。

A.3.3.1.5 氨水溶液:2→5。

A.3.3.1.6 乙酸溶液:1→4。

A.3.3.1.7 硫酸亚铁溶液:80 g/L。

A.3.3.1.8 过氧化氢溶液:1→10。

A.3.3.1.9 间苯二酚溶液:20 g/L。

A.3.3.1.10 溴化钾溶液:100 g/L。

A.3.3.2 分析步骤

A.3.3.2.1 试样溶液的制备:称取 5.0 g 试样,精确至 0.01 g,加少量水溶解,再用氢氧化钠溶液中和至中性,加水定容至 100 mL,为试样溶液 A。

A.3.3.2.2 加硝酸银溶液于试样溶液 A 中,生成白色沉淀。分离该沉淀,加硝酸于其一部分时,沉淀即溶解。加氨水溶液于另一部分并加温,沉淀溶解且应慢慢生成银镜。

A.3.3.2.3 加 2 滴乙酸溶液,1 滴硫酸亚铁溶液,2 滴~3 滴过氧化氢溶液及过量的氢氧化钠溶液于样品溶液 A 中,即显红紫至紫色。

A.3.3.2.4 在预先加有 2 滴~3 滴间苯二酚溶液及 2 滴~3 滴溴化钾溶液的 5 mL 硫酸中加入 2 滴~3 滴样品溶液 A,于水浴上加热 5 min~10 min,溶液应显深蓝色,冷却后,注到过量的水中时,应显红色。

A.4 *dl*-酒石酸($C_4H_6O_6$)含量(以干基计)的测定

A.4.1 方法提要

以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准溶液滴定试样(先经干燥)溶液,根据氢氧化钠标准滴定溶液的用量,计算以 $C_4H_6O_6$ 计的总酸含量为 *dl*-酒石酸含量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(NaOH)=0.1\text{ mol/L}$ 。

A.4.2.2 酚酞指示液:10 g/L。

A.4.3 分析步骤

A.4.3.1 结晶品试样处理:称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于质量恒定的带盖称量瓶中,于 $105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 的烘箱内干燥至质量恒定,为干燥物 B。

A.4.3.2 对于结晶品,称取约 2 g 干燥物 B(A.4.3.1),精确至 0.000 2 g;对于无水晶,称取约 2 g 干燥物 D(A.6.2),精确至 0.000 2 g。用水溶解,移至 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,移取 25 mL $\pm 0.02\text{ mL}$ 于 250 mL 锥形瓶中,加 2 滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准溶液滴定至微红色,保持 30 s 不褪色为终点。

A.4.3.3 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

dl-酒石酸($C_4H_6O_6$)含量(以干基计)的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{\frac{V_1 - V_0}{1000} \times c \times M}{m_1 \times \frac{25}{250}} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots \quad (A.1)$$

式中:

V_1 ——试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

1 000——换算系数;

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——*dl*-酒石酸的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), $[M(\frac{1}{2}C_4H_6O_6) = 75.04]$;

m_1 ——试样的质量,单位为克(g);

25 ——测定时所取试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

250 ——试样处理后定容的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2 %。

A.5 熔点范围的测定

按 GB/T 617—2006 中 4.1 的规定进行。试样为 A.6.2 中干燥物 C、干燥物 D, 传热液体采用硅油。两次平行测定结果的差值, 初熔点和终熔点均不得超过 0.4 ℃, 取其算术平均值为测定结果。

A.6 干燥减量的测定

A.6.1 按 GB 5009.3 直接干燥法的规定进行, 干燥温度为 105 ℃±2 ℃。结晶品试样的称取量为 1 g, 精确至 0.000 2 g; 无水晶试样的称取量为 6 g, 精确至 0.000 2 g。

A.6.2 结晶品的干燥物 C 留作测定熔点范围, 无水晶的干燥物 D 留作测定 *dl*-酒石酸含量和熔点范围。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05 %。

A.7 灼烧残渣的测定

A.7.1 试剂和材料

硫酸。

A.7.2 分析步骤

称取 2 g~3 g 试样, 精确至 0.000 1 g, 置于在 500 ℃±25 ℃灼烧至质量恒定的 25 mL 瓷坩锅中, 加入数滴硫酸将试样完全浸湿, 用温火加热, 至试样完全炭化, 冷却至室温。加约 1 mL 硫酸浸湿残渣, 用上述方法加热至硫酸蒸气逸尽。在 500 ℃±25 ℃灼烧 3 h, 于硅胶干燥器中冷却至室温后称量, 精确至 0.000 1 g。此时的残渣质量分数应在 0.10 %以下, 如不然, 应将残渣灼烧至质量恒定。

A.7.3 结果计算

灼烧残渣的质量分数 w_2 , 按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{m_2}{m_3} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \dots \dots \quad (\text{A.2})$$

式中:

m_2 ——残渣的质量, 单位为克(g);

m_3 ——试样的质量, 单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果, 两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.005 %。

A.8 硫酸盐(以 SO₄ 计)的测定

按 GB/T 9728 的规定进行。试样处理为称取 0.25 g 试样, 精确至 0.001 g, 放入 50 mL 比色管中, 加约 20 mL 水溶解。量取 1 mL±0.02 mL(含硫酸盐 0.1 mg)硫酸盐(SO₄)标准溶液制备限量标准。

A.9 易氧化物的测定

A.9.1 方法提要

在酸性条件下, 试样中的易氧化物质与高锰酸钾溶液反应, 使高锰酸钾溶液的紫色褪去, 用目视计

时法进行测定。

A.9.2 试剂和材料

A.9.2.1 硫酸溶液:1→20。

A.9.2.2 高锰酸钾标准滴定溶液: $c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.9.3 分析步骤

称取 1.0 g 试样,精确至 0.01 g,加 25 mL 水及 25 mL 硫酸溶液溶解,在保持 $20^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 条件下,加 4.0 mL 高锰酸钾标准滴定溶液,试样溶液的紫色在静置条件下 3 min 内不消失即为通过试验。
