



中华人民共和国国家标准

GB 1886.25—2016

食品安全国家标准 食品添加剂 柠檬酸钠

2016-08-31 发布

2017-01-01 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 6782—2009《食品添加剂 柠檬酸钠》。

本标准与 GB 6782—2009 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 柠檬酸钠”。

食品安全国家标准
食品添加剂 柠檬酸钠

1 范围

本标准适用于以淀粉质或糖质原料,经发酵提纯制得食品添加剂柠檬酸钠。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子量

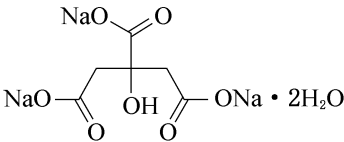
2.1 化学名称

2-羟基丙烷-1,2,3-三羧酸钠

2.2 分子式

C₆H₅Na₃O₇·2H₂O

2.3 结构式



2.4 相对分子质量

294.10(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	白色或无色	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下观察其色泽和状态
状态	结晶状颗粒或粉末 ^a	
气味、滋味	无臭,味咸	
^a 在湿空气中微有潮解性,在热空气中略有风化。		

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
柠檬酸钠含量(以干物质计), $w/\%$ \geq	99.0~100.5	附录 A 中 A.3
透光率/ $\%$ \geq	95.0	附录 A 中 A.4
水分, $w/\%$ \leq	10.0~13.0	附录 A 中 A.5
酸碱度	通过试验	附录 A 中 A.6
硫酸盐, $w/\%$ \leq	0.01	附录 A 中 A.7
铁盐/(mg/kg) \leq	5.0	附录 A 中 A.8
草酸盐, $w/\%$ \leq	0.01	附录 A 中 A.9
钙盐, $w/\%$ \leq	0.02	附录 A 中 A.10
易炭化物 \leq	1.0	附录 A 中 A.11
氯化物, $w/\%$ \leq	0.005	附录 A 中 A.12
铅(Pb)/(mg/kg) \leq	2.0	GB 5009.12
砷(As)/(mg/kg) \leq	1.0	GB 5009.11
水不溶物	通过试验	附录 A 中 A.13

附录 A 检验方法

A.1 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。试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、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.2 鉴别试验

A.2.1 溶解性

易溶于水,不溶于乙醇。

A.2.2 试剂和材料

A.2.2.1 硫酸溶液:5%。

A.2.2.2 硫酸汞溶液:称取氧化汞 5 g,先加水 40 mL,然后缓缓加入浓硫酸 20 mL,边加边搅拌,再加水 40 mL 搅拌使之溶解。

A.2.2.3 高锰酸钾溶液: $c\left(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4\right)=0.1\text{ mol/L}$ 。

A.2.2.4 盐酸溶液:5%。

A.2.2.5 吡啶-醋酐(3+1)。

A.2.2.6 柠檬酸钠试样溶液:5 g/L。

A.2.3 分析步骤

A.2.3.1 取少量试样于 25 mL 坩埚内,用直火炽灼,即缓缓分解,但不得发生焦糖臭。

A.2.3.2 取试样溶液 2 mL,加硫酸溶液数滴,加热至沸,加高锰酸钾溶液数滴,振摇,紫色即消失;再加入硫酸汞溶液 1 滴,生成白色沉淀。

A.2.3.3 取试样溶液约 5 mL,加吡啶-醋酐约 5 mL,振摇,即生成黄色到红色或紫红色的溶液。

A.2.3.4 取铂丝,用盐酸湿润后,蘸取试样,在无色火焰中燃烧,火焰显现黄色。

A.3 柠檬酸钠含量(以干物质计)的测定

A.3.1 仪器和设备

A.3.1.1 锥形瓶:150 mL。

A.3.1.2 酸式滴定管。

A.3.2 试剂和溶液

A.3.2.1 高氯酸标准滴定溶液: $c(\text{HClO}_4)=0.1\text{ mol/L}$ 。

A.3.2.2 结晶紫指示液:10 g/L。

A.3.2.3 冰乙酸。

A.3.2.4 乙酸酐。

A.3.3 分析步骤

准确称取干燥后的(105℃±2℃,2 h)柠檬酸钠 0.15 g,加冰乙酸 20 mL,加热溶解,冷却后,加入乙酸酐 10 mL,用 0.1 mol/L 的高氯酸滴定。以两滴醋酸-结晶紫为指示剂,溶液颜色由紫色经蓝色到绿色为终点。用相同方法做空白试验,做必要的修正,以干物质计算含量。

A.3.4 结果计算

柠檬酸钠含量(以干物质计)的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{c \times (V - V_0) \times 0.098\ 03}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

c ——高氯酸标准溶液的摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——试样滴定所耗高氯酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白滴定所耗高氯酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

0.098 03 ——与 1.00 mL 高氯酸[$c(\text{HClO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$]相当的以克表示的柠檬酸钠的质量;

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应超过算术平均值的 0.2%。

A.4 透光率的测定

A.4.1 仪器和设备

A.4.1.1 容量瓶:100 mL。

A.4.1.2 分光光度计。

A.4.2 分析步骤

称取 10 g 试样(精确至 0.01 g),加水溶解,定容至 100 mL,摇匀;用 1 cm 比色皿,以水为空白对照,在波长 366 nm 下测定样液的透光率,记录读数。

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应大于算术平均值的 0.2%。

A.5 水分的测定

A.5.1 直接干燥法

A.5.1.1 仪器和设备

A.5.1.1.1 电热干燥箱。

A.5.1.1.2 分析天平:感量为 0.1 mg。

A.5.1.1.3 称量瓶:Φ50 mm×30 mm。

A.5.1.1.4 干燥器:变色硅胶。

A.5.1.2 分析步骤

称取 1 g(精确至 0.000 2 g)柠檬酸钠试样于已烘至恒重的称量瓶中,放入 180 °C±2 °C 电热干燥箱内烘干,称量,直至恒重。

A.5.1.3 结果计算

水分的质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

m_1 ——烘干前瓶加样品的质量,单位为克(g);

m_2 ——烘干后瓶加样品的质量,单位为克(g);

m_0 ——称量瓶的质量,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应超过算术平均值的 1%。

A.5.2 卡尔·费休水分测定法

A.5.2.1 仪器和设备

微量水分测定器(卡尔·费休水分测定仪)。

A.5.2.2 试剂和材料

A.5.2.2.1 无水甲醇。

A.5.2.2.2 卡尔·费休试剂:按 GB/T 606 配制和滴定。

A.5.2.3 分析步骤

取无水甲醇 20 mL,在搅拌下用卡尔·费休试剂(A.5.2.2.2)滴定至终点,不记录读数。然后迅速加入适量的试样(柠檬酸钠 0.1 g),继续滴定至终点。

A.5.2.4 结果计算

水分的质量分数 w_3 ,按式(A.3)计算:

$$w_3 = \frac{V_1 \times T}{m_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

V_1 ——试样滴定时消耗卡尔·费休试剂的体积,单位为毫升(mL);

T ——卡尔·费休试剂对水的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);

m_3 ——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应超过算术平均值的 2%。

A.6 酸碱度的测定

A.6.1 试剂和材料

A.6.1.1 酚酞指示液:10 g/L。

A.6.1.2 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$ 。

A.6.1.3 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=0.1\text{ mol/L}$ 。

A.6.2 分析步骤

称取柠檬酸钠试样 1.0 g,加水溶解并定容至 10 mL,加酚酞指示剂 2 滴,如显红色加 0.1 mol/L 盐酸溶液 0.2 mL 应褪至无色。如加酚酞指示剂后不显色,则加 0.1 mol/L 的氢氧化钠溶液 0.2 mL 应显淡红色。

A.7 硫酸盐的测定

A.7.1 仪器和设备

A.7.1.1 具塞比色管:50 mL。

A.7.1.2 烧杯:50 mL。

A.7.2 试剂和材料

A.7.2.1 盐酸溶液:27+50。

A.7.2.2 氯化钡溶液(250 g/L):称取氯化钡 25 g,用水溶解,加水稀释至 100 mL。

A.7.2.3 乙酸溶液:质量分数为 30%。

A.7.2.4 乙醇溶液(30%):量取乙醇(96%)313 mL,用水稀释至 1 000 mL。

A.7.2.5 硫酸盐标准溶液 I:称取硫酸钾 0.181 g,用乙醇溶液稀释至 1 000 mL。

A.7.2.6 硫酸盐标准溶液 II:吸取硫酸盐标准溶液 I 10.0 mL,用乙醇溶液稀释至 100 mL。

A.7.3 分析步骤

称取试样 1 g(精确至 0.01 g)于 50 mL 具塞比色管中,加水 15 mL 溶解,此液为试样溶液。

取两支 50 mL 具塞比色管,分别加入氯化钡溶液 1 mL,加盐酸溶液 2 mL,再加硫酸盐标准溶液 II 1 mL,振摇,静置 1 min。于一支比色管中加入试样溶液 15 mL,另一支比色管中加入硫酸盐标准溶液 II 10 mL 和水 5 mL(标准管),再各加入盐酸溶液 2 mL 和乙酸溶液 0.5 mL,摇匀,5 min 后,试样管的乳白度不得深于标准管。

A.8 铁盐的测定

A.8.1 仪器和设备

具塞比色管:50 mL。

A.8.2 试剂和材料

A.8.2.1 盐酸溶液:27+50。

A.8.2.2 过硫酸铵溶液(10 g/L):称取过硫酸铵 1 g,用水溶解,加水稀释至 100 mL。

A.8.2.3 硫氰酸铵溶液(80 g/L):称取硫氰酸铵 8 g,用水溶解,加水稀释至 100 mL。

A.8.2.4 正丁醇。

A.8.2.5 铁标准溶液 I:1 mL 溶液含铁(Fe)0.1 mg。

A.8.2.6 铁标准溶液 II:1 mL 溶液含铁(Fe)0.01 mg。吸取铁标准溶液 I 10 mL,加水稀释至 100 mL。

A.8.3 分析步骤

称取试样 2 g(精确至 0.01 g),加水 10 mL 溶解,再加盐酸溶液 3 mL、过硫酸铵 3 mL 和硫氰酸铵溶液 3 mL,然后加水稀释至 25 mL,摇匀,加入正丁醇 20 mL,振摇分层,与标准管进行目视比色,其样品管醇层颜色不得深于标准管。

标准管的制备:吸取铁标准溶液 II 1 mL,与试样管同时同样处理。

A.9 草酸盐的测定

A.9.1 仪器和设备

A.9.1.1 具塞比色管:25 mL。

A.9.1.2 试管: $\Phi 15\text{ mm}\times 180\text{ mm}$ 。

A.9.2 试剂和材料

A.9.2.1 盐酸。

A.9.2.2 盐酸苯肼溶液:10 g/L。

A.9.2.3 铁氰化钾溶液:50 g/L。称取铁氰化钾 5 g,用水溶解,加水稀释至 100 mL。

A.9.2.4 锌粒。

A.9.2.5 草酸标准溶液 I:0.25 g/L。称取草酸($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)0.175 g,用水溶解,加水稀释至 500 mL。

A.9.2.6 草酸标准溶液 II:0.01 g/L。吸取草酸标准溶液 I 4 mL,用水稀释至 100 mL。

A.9.3 分析步骤

称取试样 0.4 g(精确至 0.01 g)于试管中,加入水 4 mL,加入盐酸 3 mL 及锌粒 1 g,煮沸 1 min,放置 2 min。移入盛有 0.25 mL 盐酸苯肼溶液的试管中,加热至沸,迅速冷却,倒入 25 mL 具塞比色管内,加入 7 mL 的盐酸和铁氰化钾溶液 0.25 mL,振摇,放置 30 min 与标准管进行目视比色,试样管产生的粉红色不得深于标准管。

标准管的制备:吸取草酸溶液 II 4 mL 于具塞比色管中,与试样管同时同样处理。

A.10 钙盐的测定

A.10.1 仪器和设备

具塞比色管:25 mL。

A.10.2 试剂和材料

A.10.2.1 96%乙醇(体积分数)。

A.10.2.2 乙酸溶液(2 mol/L):量取冰乙酸 118 mL,用水稀释至 1 000 mL。

A.10.2.3 乙酸溶液(6 mol/L):量取冰乙酸 350 mL,用水稀释至 1 000 mL。

A.10.2.4 草酸铵溶液(40 g/L):称取草酸铵 4 g,用水溶解,加水稀释至 100 mL。

A.10.2.5 钙标准溶液 I:称取于 105 °C~110 °C 烘干的碳酸钙 2.5 g,加入 6 mol/L 乙酸 12 mL 溶解,加水稀释至 1 000 mL。

A.10.2.6 钙标准溶液 II:吸取钙标准溶液 I 1 mL,加水稀释至 100 mL。

A.10.2.7 试样溶液:称取柠檬酸钠 0.50 g,加水溶解至 15 mL。

A.10.3 分析步骤

于 25 mL 比色管中,加试样溶液 15 mL,草酸铵溶液 1 mL,1 min 后加入乙酸溶液 1 mL 和 96%乙醇 1 mL,摇匀,放置 15 min 后与标准管目视比浊,其乳白度不得超过标准管。

标准管的制备:吸取钙标准溶液 II 10 mL 和水 5 mL,加草酸铵溶液 1 mL,加入乙酸溶液 1 mL 和 96%乙醇 1 mL,摇匀。

A.11 易炭化物的测定

A.11.1 仪器和设备

A.11.1.1 具塞比色管:25 mL。

A.11.1.2 恒温水浴:控温精度 ± 1 °C。

A.11.2 试剂和材料

A.11.2.1 盐酸溶液:吸取盐酸 24 mL,稀释至 1 000 mL。

A.11.2.2 碘化钾。

A.11.2.3 硫酸溶液: $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)=1$ mol/L。

A.11.2.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1$ mol/L。

A.11.2.5 过氧化氢溶液:体积分数为 3%。吸取 30%过氧化氢 10 mL,加水稀释至 100 mL。

A.11.2.6 氢氧化钠溶液:300 g/L。

A.11.2.7 淀粉指示液:10 g/L。

A.11.2.8 三氯化铁。

A.11.2.9 氯化钴。

A.11.2.10 黄色原液:称取三氯化铁 46 g,溶于约 900 mL 盐酸溶液中,再用此盐酸溶液稀释至 1 000 mL。标定时,用盐酸溶液调整此黄色原液,使其每毫升含 46 mg $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 。溶液必须避光保存,现用现标定。标定:吸取新配制的三氯化铁溶液 10 mL,加入水 15 mL、碘化钾 4 g、盐酸溶液 5 mL,立即塞上瓶盖避光静置 15 min,加入水 100 mL,析出的碘用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至浅黄色,加淀粉指示液 0.5 mL,继续滴定至粉红色终点。

注:每毫升 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液相当于 27.03 mg $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 。

A.11.2.11 红色原液:称取氯化钴 60 g,溶于约 900 mL 盐酸溶液中,再用此盐酸溶液稀释至 1 000 mL。标定时用盐酸溶液调整此红色原液,使其每毫升含 59.5 mg $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 。溶液应避光保存,现用现标定。标定:吸取新配制的氯化钴溶液 5.0 mL,加入过氧化氢溶液 5 mL 和氢氧化钠溶液 10 mL,缓缓煮沸 10 min,冷却。再加碘化钾 2 g、硫酸溶液 60 mL,立即塞上瓶盖,轻轻摇动,使沉淀溶解。析出的碘,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至浅黄色,加淀粉指示液 0.5 mL,继续滴定至溶液呈粉红色时为终点。

注:每毫升 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液相当于 23.79 mg $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 。

A.11.2.12 色泽限度标准溶液:黄色原液和红色原液按 9+1 混合。

A.11.3 分析步骤

称取试样 1.0 g 于 25 mL 具塞比色管中,加入浓硫酸 10 mL,在 90 °C ± 1 °C 水浴中加热 60 min,在 5 min、30 min 均取出迅速振摇均匀,继续加热至 1 h,取出,迅速冷却(天热时应用冰水冷却)。缓缓倒入 1 cm 比色皿中,以水为空白,在波长 470 nm 下测定吸光度为 A;同样操作测定色泽限度标准溶液吸光度为 B。

A.11.4 计算

易炭化物的吸光度比值 K ,按式(A.4)计算:

$$K = \frac{A}{B} \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

A ——样液的吸光度值;

B ——标准溶液的吸光度值。

判定: $K \leq 1.0$ 时为合格。

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应大于算术平均值的 5%。

A.12 氯化物的测定

A.12.1 仪器和设备

具塞比色管:25 mL。

A.12.2 试剂和材料

A.12.2.1 硝酸溶液:13%。

A.12.2.2 硝酸银溶液: $c(\text{AgNO}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.12.2.3 氯化物标准溶液 I:0.1 g/L。

A.12.2.4 氯化物标准溶液 II:0.005 g/L。吸取氯化物标准溶液 I 5 mL,加水稀释至 100 mL。

A.12.3 分析步骤

称取试样 1 g(精确至 0.000 1 g),加水溶解至 15 mL,再加硝酸溶液 1 mL 后,立即加入硝酸银溶液 1 mL,避光静置 2 min,在黑色背景下与标准管同时进行横向目视比浊,其乳白度不得超过按下列方法制备的标准管。

标准管的配制:吸取氯化物标准溶液 II 10 mL,加水 5 mL,与试样管同时作同样处理。

A.13 水不溶物的测定

A.13.1 仪器和设备

A.13.1.1 锥形瓶:1 000 mL。

A.13.1.2 真空抽滤装置: $\varphi 50 \text{ mm}$ 抽滤装置。

A.13.1.3 滤膜:孔径 0.2 μm 。

A.13.1.4 滤膜:孔径 0.8 μm 。

A.13.2 试剂和材料

水:通过 0.2 μm 滤膜过滤的水。

A.13.3 分析步骤

称取试样 50 g,搅拌溶解于 400 mL 水中,用直径 50 mm,孔径 0.8 μm 的滤膜真空抽滤,真空度不低于 0.09 MPa,用 100 mL 水冲洗抽滤杯内壁及容器,抽滤结束,观察滤膜颜色及杂质状况,记录结果,整个操作过程应在洁净环境中(10 万级以上)进行。

判定:过滤时间不超过 1 min,滤膜基本不变色,通过试验。
