

# 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 <sub>发 布</sub> 国家卫生和计划生育委员会

# 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

 $C_4H_6O_6 \cdot nH_2O(5$  结晶品 n=1, 无水品 n=0

# 2.3 结构式

$$\begin{array}{c|c} COOH \\ H - OH \\ H - OH \\ COOH \end{array} \cdot nH_2O$$

# 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(无水品)(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	性 迎 刀 伝	
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	
状态	结晶或结晶粉末	颗粒或粉末	然光下观察其色泽和状态	

# 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			
dl-酒石酸(C₄H₅O₅)含量(以干基计),w/%			99.5	附录 A 中 A.4	
熔点范围/℃			200~206	附录 A 中 A.5	
工格序量 /0/	结晶品	$\leq$	11.5	744 = A + A C	
干燥减量,w /%	无水品	$\leq$	0.5	₩录 A 中 A.6	
灼烧残渣,w/%			0.1	附录 A 中 A.7	
硫酸盐(以 SO <sub>4</sub> 计), w/%			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 $\sim$ 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 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  $105\ ℃ \pm 2\ ℃$ 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;对于无水品,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±0.02 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:

十基计)的质量分数 
$$w_1$$
,接式(A.1)计算:
$$w_1 = \frac{V_1 - V_0}{1\ 000} \times c \times M \\ m_1 \times \frac{25}{250} \times 100\% \qquad \cdots \qquad (A.1)$$

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);

 $V_{\circ}$  ——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);

1000——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.6.2 结晶品的干燥物 C 留作测定熔点范围,无水品的干燥物 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:

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 SO<sub>4</sub> 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  $\pm 0.02$  mL(含硫酸盐 0.1 mg)硫酸盐(SO<sub>4</sub>)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: $c(\frac{1}{5}KMnO_4)=0.1 \text{ mol/L}$ .

# 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~℃ ± 1~℃条件下,加 <math>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。

6