

中华人民共和国国家标准

GB 1886.43—2015

食品安全国家标准 食品添加剂 抗坏血酸钙

2015-09-22 发布 2016-03-22 实施

中 华 人 民 共 和 国 _{发 布} 国家卫生和计划生育委员会

前 言

本标准代替 GB 15809—1995《食品添加剂 抗坏血酸钙》。 本标准与 GB 15809—1995 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 抗坏血酸钙"。

食品安全国家标准 食品添加剂 抗坏血酸钙

1 范围

本标准适用于以抗坏血酸和钙盐为原料制得的食品添加剂抗坏血酸钙。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

2.1 化学名称

抗坏血酸钙

2.2 分子式

 $C_{12}\,H_{14}\,CaO_{12}\,\bullet\,2\,H_{2}\,O$

2.3 结构式

$$\left[\begin{array}{c|c}
OH & O^{-} OH \\
HOCH_{2} & C & O \\
H & O
\end{array}\right]_{2} Ca^{2+} \cdot 2H_{2}O$$

2.4 相对分子质量

426.34(按 2007 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	白色或淡黄色		
气味	无臭	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,嗅其味	
状态	结晶粉末	然几 以 1	

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
抗坏血酸钙含量(以 C ₁₂ H ₁₄ CaO ₁₂ · 2H ₂ O 计), w/% ≥	98.0	附录 A 中 A.3
比旋度[α] ²⁰	+95°~+97°	附录 A 中 A.4
氟化物, ∞/% ≤	0.001	附录 A 中 A.5
pH(10%水溶液)	6.8~7.4	附录 A 中 A.6
砷(As)/(mg/kg) ≤	3.0	GB 5009.76
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	10.0	附录 A 中 A.7
草酸盐	通过试验	附录 A 中 A.8

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。试剂中所用标准溶液、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.2 鉴别试验

A.2.1 试剂和材料

- **A.2.1.1** 甲基红试液:取甲基红 $0.1 \text{ g } \text{ m} \ 0.05 \text{ mol/L}$ 氢氧化钠溶液 7.4 mL 使溶解,再加水稀释至 200 mL 即得。变色范围 pH $4.2 \sim$ pH 6.3 (试液由红变黄)。
- A.2.1.2 氨试液:取氨水 400 mL,加水稀释至 1 000 mL。
- A.2.1.3 盐酸溶液:取盐酸 234 mL,加水稀释至 1 000 mL。
- A.2.1.4 草酸铵试液:取草酸氨 3.5 g,加水使溶解成 100 mL。
- **A.2.1.5** 二氯靛酚钠试液:取 2,6-二氯靛酚钠 0.1 g,加水 100 mL 溶解后,过滤。

A.2.2 鉴别方法

- **A.2.2.1** 取 1 g 试样溶于 10 mL 水中,加甲基红指示液 2 滴,再滴加盐酸至恰呈酸性;加草氨酸试液,即生成白色沉淀;分离,沉淀不溶于乙酸,但可溶于盐酸。
- A.2.2.2 取1g试样溶于10 mL水中,加入二氯靛酚钠试液二滴,二氯靛酚钠试液褪色。

A.3 抗坏血酸钙含量(以 C₁₂ H₁₄ CaO₁₂ · 2H₂O 计)的测定

A.3.1 方法原理

试样中的抗坏血酸可被碘定量地氧化成去氢抗坏血酸,根据试样溶液的颜色变化判断滴定终点。

$$\left(\begin{array}{c} HO & O & OH \\ HOCH_2 & C & O \\ HOCH_2 & O \end{array} \right)_2 Ca^{2+} + 2I_2 \longrightarrow 2HOCH_2 - C O + CaI_2 + 2HI \\ H & H & H \end{array} \right)_2$$

A.3.2 试剂和材料

碘标准滴定溶液: $c\left(\frac{1}{2}I_2\right)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.3.3 分析步骤

称取试样约 0.3 g,置 250 mL 锥形瓶中,加水 50 mL 使溶解,立即用碘标准溶液滴定,至溶液显浅

黄色,在30 s内不褪,即为滴定终点。

A.3.4 结果计算

抗坏血酸钙含量(以 $C_{12}H_{14}CaO_{12} \cdot 2H_2O$ 计)的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{V \times c \times \frac{M}{1\ 000}}{m} \times 100\% \qquad \dots$$
 (A.1)

式中:

V ——试样消耗碘标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——碘标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M — 抗坏血酸钙的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), $[M(\frac{1}{4}C_{12}H_{14}CaO_{12} \cdot 2H_2O) = 106.6]$;

1000——换算系数;

m ——试样的质量,单位为克(g)。

本方法两次平行测定结果相对偏差不超过 0.3%。

A.4 比旋度 $[\alpha]_D^{20}$ 的测定

A.4.1 仪器和设备

旋光仪。

A.4.2 分析步骤

取试样 1 g 加水到 25 mL,按 GB/T 613 测定。

A.5 氟化物的测定

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 氟化钠。

A.5.1.2 氟标准使用液:按 GB/T 5009.18 配制,此溶液 1.0 mL 相当于 5 μg 氟。

A.5.2 分析步骤

称取试样 5g,按GB/T5009.18中灰化蒸馏-氟试剂比色法测定。

A.6 pH(10%水溶液)的测定

取试样 5 g 加水至 50 mL,用 pH 计测定 pH。

A.7 重金属(以 Pb 计)的测定

A.7.1 试剂和材料

A.7.1.1 6 mol/L 盐酸:量取 50 mL 盐酸,用水稀释至 100 mL。

A.7.1.2 1%硝酸:取1 mL 硝酸加水稀释至 100 mL。

- **A.7.1.3** pH 3.5 的乙酸盐缓冲液:称取 25.0 g 乙酸铵溶于 25 mL 水中,加入 45 mL 6 moL/L 盐酸,用稀盐酸或稀氨水调节 pH 到 3.5,用水稀释至 100 mL。
- **A.7.1.4** 硫代乙酸胺溶液:称取硫代乙酸胺 4 g,加水使溶解成 100 mL,置冰箱中保存。临用前取混合液[取氢氧化钠溶液(1 mol/L)15 mL,水 5.0 mL 及甘油 20 mL 混合摇匀]5.0 mL,加本溶液 1.0 mL,置水浴上加热 20 s,冷却,立即使用。
- **A.7.1.5** 铅标准液:称取 0.159~8~g 高纯硝酸铅,溶于 10~mL~1% 硝酸中,定量移入 100~mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,此溶液 1~mL 相当于 1.0~mg。临用前用水稀释 100 倍,使成 1.0~mL 相当于 $10~\mu g$ 铅。

A.7.2 分析步骤

- **A.7.2.1** A 管:取 50 mL 纳氏比色管,向管中加入铅标准溶液 2.0 mL 和 pH 3.5 乙酸盐缓冲液 2 mL,加水稀释至 25 mL。
- **A.7.2.2** B 管:取与 A 管配套的 50 mL 纳氏比色管,向管中加入试样 2 g,加水到 25 mL。
- **A.7.2.3** 向 A、B 两管中分别加入硫代乙酸胺溶液 2 mL,并加水至 50 mL,混匀,放置 2 min 在白色背景下观察,B 管的色度不得深于 A 管色度。

A.8 草酸盐试验

A.8.1 试剂和材料

- A.8.1.1 冰乙酸。
- A.8.1.2 乙酸钙溶液:100 g/L。

A.8.2 分析步骤

取试样 1 g 加水 10 mL,加冰乙酸 2 滴和乙酸钙溶液 5 mL,静置 5 min 溶液应保持澄清。

5