

中华人民共和国国家标准

GB 1903.24—2016

食品安全国家标准 食品营养强化剂 维生素 C 磷酸酯镁

2016-12-23 发布 2017-06-23 实施

食品安全国家标准 食品营养强化剂 维生素 C 磷酸酯镁

1 范围

本标准适用于维生素 C 经磷酸化后和氧化镁反应,制得的食品营养强化剂维生素 C 磷酸酯镁。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

2.1 化学名称

L-抗坏血酸-2-磷酸酯镁

2.2 分子式

 $C_{12}\,H_{12}\,O_{18}\,P_{2}\,Mg_{3}$ • $10\,H_{2}\,O$

2.3 结构式

$$\begin{bmatrix} CH_2OH \\ HOHC \\ O \\ O \\ O \\ O \\ O \end{bmatrix}$$

$$\bullet 3Mg^{2+} \bullet 10H_2O$$

2.4 相对分子质量

759.22(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	白色或微黄色	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘内,在自
状态	粉末或颗粒	然光线下观察其色泽和状态

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
维生素 C 磷酸酯镁含量,w/% ≥	95.0	附录 A 中 A.3
水分,w/%	29.0	GB 5009.3 卡尔・费休法
рН	7.0~8.5	GB/T 9724
比旋光度 α _m (20°C,D)/[(°)•m²•kg ⁻¹]	$+20.0\sim+26.5$	GB/T 613
游离磷酸盐,∞/% ≤	1.0	GB/T 9727
氯化物(以 Cl 计), w/% ≤	0.35	附录 A 中 A.4
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	10	GB 5009.74
碑(As)/(mg/kg)	1.0	GB 5009.76

附 录 A 检验方法

A.1 一般规定

本标准除另有规定外,所用试剂的纯度应为分析纯,所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,应按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,试验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规定。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** 盐酸溶液:c(HCl) = 0.1 mol/L。
- **A.2.1.2** 氢氧化钠溶液:c(NaOH)=0.1 mol/L。
- **A.2.1.3** 镁溶液: 称取 50 mg 镁, 加入氢氧化钠溶液(2 mol/L), 溶解后定容至 100 mL。
- A.2.1.4 三氯化铁溶液: 称取 10 g 三氯化铁, 加入盐酸溶液, 溶解后定容至 100 mL。

A.2.2 鉴别方法

- A.2.2.1 称取约 50 mg 试样,加入 5 mL 盐酸溶液,再加三氯化铁溶液 2 滴,试样液应显酒红色。
- **A.2.2.2** 取适量试样,加入盐酸溶液制成每毫升含 20 μg 试样的溶液,使用分光光度计测定,该溶液在 237 nm 处有最大吸收峰;另取适量试样,加入氢氧化钠溶液制成每毫升含 20 μg 试样的溶液,使用分光光度计测定,该溶液在 261 nm 处有最大吸收峰。
- **A.2.2.3** 称取约 50 mg 试样,加水配成约 0.1 mol/L 的试样液,加入氢氧化钠溶液调节至 pH 10,再加入镁溶液 2 滴,应出现蓝色沉淀。

A.3 维生素 C 磷酸酯镁含量的测定

A.3.1 高效液相色谱法

A.3.1.1 试剂和材料

- A.3.1.1.1 乙酸钠。
- A.3.1.1.2 乙二胺四乙酸二钠。
- A.3.1.1.3 正己胺。
- A.3.1.1.4 冰乙酸。
- **A.3.1.1.5** 甲醇溶液:2+98。
- **A.3.1.1.6** 维生素 C 磷酸酯镁对照品:纯度≥98%。

A.3.1.2 仪器和设备

- A.3.1.2.1 高效液相色谱仪:配紫外检测器。
- **A.3.1.2.2** 色谱柱:以十八烷基硅烷键合硅胶为填充剂的不锈钢柱($φ4.6 \text{ mm} \times 15 \text{ cm}$,填料粒径 3 μm) 或其他等效的色谱柱。

A.3.1.3 参考色谱条件

A.3.1.3.1 流动相:称取 6.56 g 乙酸钠、0.037 5 g 乙二胺四乙酸二钠和 0.37 mL 正己胺,置于 1000 mL 容量瓶中,加甲醇溶液使溶解后定容。再用冰乙酸将该溶液调节 pH 至 5.0。

A.3.1.3.2 流速:0.8 mL/min。

A.3.1.3.3 进样量:5 μL。

A.3.1.3.4 检测波长:200 nm。

A.3.1.4 分析步骤

A.3.1.4.1 试样溶液的制备

称取 0.6 g(精确至 0.000 1 g)试样,用流动相溶解,移入 200 mL 容量瓶中,定容至刻度。色谱分析前用 $0.45 \mu m$ 微孔滤膜过滤,滤液备用。

A.3.1.4.2 对照溶液的制备

称取 0.6 g(精确至 0.000 1 g)维生素 C 磷酸酯镁对照品,用流动相溶解,移入 200 mL 容量瓶中,定容至刻度。色谱分析前用 $0.45 \mu \text{m}$ 微孔滤膜过滤,滤液备用。

A.3.1.4.3 测定

在 A.3.1.3 参考色谱条件下,吸取试样溶液和对照溶液分别注入色谱仪,记录所得的试样溶液中维生素 C 磷酸酯镁的峰面积和对照溶液中维生素 C 磷酸酯镁的峰面积。

A.3.1.5 结果计算

维生素 C 磷酸酯镁含量的质量分数 ω_1 ,按式(A.1)计算:

式中:

 A_i ——试样溶液中维生素 C 磷酸酯镁的峰面积;

 m_s ——对照溶液中维生素 C 磷酸酯镁的质量,单位为克(g);

 A_s ——对照溶液中维生素 C 磷酸酯镁的峰面积;

 m_1 ——试样溶液中维生素 C 磷酸酯镁的质量,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。

A.3.2 紫外分光光度法

A.3.2.1 试剂和材料

盐酸溶液:c(HCl) = 0.1 mol/L。

A.3.2.2 仪器和设备

紫外分光光度计。

A.3.2.3 分析步骤

称取约 0.1 g 试样,精确至 0.000 2 g,加入盐酸溶液溶解,置于 100 mL 容量瓶中,定容至刻度,摇匀。从上述溶液中量取 1.0 mL 置于 50 mL 容量瓶中,再加入盐酸溶液稀释定容,摇匀。用紫外分光光

度计在 237 nm 下测定吸光度。同时做空白试验。

A.3.2.4 结果计算

维生素 C 磷酸酯镁含量的质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算:

式中:

A ——试样液的吸光度;

5 000 ——样品的稀释倍数;

0.762 7----摩尔质量换算系数;

 m_1 ——试样的质量,单位为克(g);

324 ——试样液的百分吸收系数。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。

A.4 氯化物(以 CI 计)的测定

A.4.1 试剂和材料

- **A.4.1.1** 硝酸溶液:1+4。
- A.4.1.2 硝酸银溶液:17 g/L。
- **A.4.1.3** 氯化钠标准溶液:称取 1.65 g 氯化钠,置于 1000 mL 容量瓶中,加水使其溶解并稀释至刻度,摇匀 (1 mL 相当于 1 mg 的 Cl)。

A.4.2 仪器和设备

50 mL 纳氏比色管。

A.4.3 分析步骤

A.4.3.1 试样溶液的制备

称取 1 g 试样置于纳氏比色管中,加水溶解至 25 mL,再加 10 mL 硝酸溶液,加水至体积约 40 mL,摇匀。

A.4.3.2 对照溶液的制备

量取 3.5~mL 氯化钠标准溶液置于纳氏比色管中,加水溶解至 25~mL,再加 10~mL 硝酸溶液,加水至体积约 40~mL,摇匀。

A.4.3.3 测定

在试样液与对照溶液中分别加入 1.0 mL 硝酸银溶液,用水稀释定容至 50 mL,摇匀,在暗处放置 5 min,同置黑色背景上,从比色管上方向下观察所产生的浑浊。

A.4.4 结果判定

试样溶液的浑浊度浅于对照溶液,即为通过试验(≤0.35%)。

5