



中华人民共和国国家标准

GB 25544-2010

---

食品安全国家标准  
食品添加剂 DL-苹果酸

2010-12-21 发布

2011-02-21 实施

---

中华人民共和国卫生部发布

## 前　　言

本标准的附录 A、附录 B 和附录 C 为规范性附录。

# 食品安全国家标准

## 食品添加剂 DL-苹果酸

### 1 范围

本标准适用于以顺丁烯二酸酐、顺/反丁烯二酸为原料经水合反应、浓缩结晶、脱水、干燥而制得的食品添加剂 DL-苹果酸。

### 2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

### 3 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

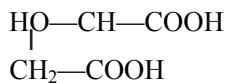
#### 3.1 化学名称

DL-羟基丁二酸

#### 3.2 分子式

C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>5</sub>

#### 3.3 结构式



#### 3.4 相对分子质量

134.09 (按 2007 年国际相对原子质量)

### 4 技术要求

#### 4.1 感官要求：应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项    目	指    标	检验方法
色泽	白色或类白色	取适量实验室样品，置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，目视观察，嗅其气味。
气味	有特殊的酸味	
组织状态	结晶粉末或颗粒	

#### 4.2 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-苹果酸(以 C <sub>4</sub> H <sub>6</sub> O <sub>5</sub> 计), w /%	99.0~100.5	附录 A 中 A.4
比旋光度 $\alpha_{\text{n}}(25^{\circ}\text{C}, \text{D}) / ((^{\circ})\cdot\text{dm}^2\cdot\text{kg}^{-1})$	-0.10 ~ +0.10	附录 A 中 A.5
砷(As) / (mg/kg)	≤ 2	附录 A 中 A.6
铅(Pb) / (mg/kg)	≤ 2	附录 A 中 A.7
灼烧残渣, w /%	≤ 0.1	附录 A 中 A.8
富马酸, w /%	≤ 1.0	附录 A 中 A.9
马来酸, w /%	≤ 0.05	附录 A 中 A.9
水不溶物, w /%	≤ 0.1	附录 A 中 A.10

## 附录 A

### (规范性附录)

### 检验方法

#### A. 1 警示

试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况。操作者应采取适当的安全和防护措施。

#### A. 2 一般规定

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和GB/T 6682—2008中规定的三级水。

试验方法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 之规定制备。

#### A. 3 鉴别试验

##### A. 3. 1 苹果酸氨盐呈色试验

###### A. 3. 1. 1 试剂和材料

A. 3. 1. 1. 1 氨水溶液：2+3。

A. 3. 1. 1. 2 对氨基苯磺酸：10g/L。

A. 3. 1. 1. 3 亚硝酸钠溶液：200g/L。

A. 3. 1. 1. 4 氢氧化钠溶液：40g/L。

###### A. 3. 1. 2 分析步骤

称取 0.5g 实验室样品，精确至 0.01g，置于 50mL 试管中，加入 10mL 水溶解。用氨水溶液中和至中性，加入 1mL 对氨基苯磺酸溶液，在沸水浴中加热 5min。加入 5mL 亚硝酸钠溶液，再置于水浴加热 3min 后，加入 5mL 氢氧化钠溶液，试验溶液应立即呈红色。

###### A. 3. 2 红外谱图对照

称取约 1mg 实验室样品及 100mg 溴化钾，研成均匀粉末，放入成形器中，压成薄片后用红外光谱仪测定其吸收光谱，其谱图与附录 B 图 B.1 给出的 DL-苹果酸红外标准谱图一致。

#### A. 4 DL-苹果酸含量的测定

##### 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样品水溶液，根据氢氧化钠标准滴定溶液的用量，计算以 C<sub>4</sub>H<sub>6</sub>O<sub>5</sub> 计的总酸含量为 DL-苹果酸含量。

###### A. 4. 2 试剂和材料

A. 4. 2. 1 氢氧化钠标准滴定溶液：c (NaOH)=1.0mol/L。

A. 4. 2. 2 酚酞指示液：10g/L。

#### A. 4. 3 分析步骤

A. 4. 3. 1 称取2.0g实验室样品，精确至0.000 2 g，加40mL无二氧化碳的水溶解，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30s不褪色为终点。

A. 4. 3. 2 在测定的同时,按与测定相同的步骤,对不加试料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-苹果酸(以 $C_4H_6O_5$ 计)的质量分数 $w_1$ , 数值以%表示, 按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{[(V - V_0)/1000]cM}{m} \times 100\% \quad \dots \quad (\text{A.1})$$

式中：

*V* ——试料消耗氢氧化钠标准滴定溶液(A.4.2.1)体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液(A.4.2.1)体积的数值,单位为毫升(mL);

*c*——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

*m* ——试料质量的数值,单位为克(g);

$M$ ——苹果酸 ( $1/2 \text{C}_4\text{H}_6\text{O}_5$ ) 的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) ( $M=67.04$ )。

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

#### A.5 比旋光度的测定

A.5.1 称取4.25g实验室样品，精确至0.001g，加入20mL水溶解，移至50mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。测定温度为(25±0.5)℃。

比旋光度  $a_m(25^\circ\text{C}, D)$  数值以“ $(^\circ)\cdot\text{dm}^2\cdot\text{kg}^{-1}$ ”表示，按式(A.2)计算：

$$a_m \text{ (25°C, D)} = \frac{\alpha}{l \rho_a} \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A.2})$$

式中：

$\alpha$  —— 测得的旋光角, 单位为度(°);

*l* —— 旋光管的长度,单位为分米(dm);

$\rho_a$ ——溶液中有效组分的质量浓度,单位为克每毫升(g/mL)。

#### A. 5. 2 其他按GB/T 613进行。

## A. 6 砷的测定

A.6.1 称取1.0g实验室样品，精确至0.01g，放入测砷装置锥形瓶中，加入5mL水溶解，加入1滴溴酚蓝指示液(0.4g/L)，滴加氨水溶液(1+4)中和至溶液呈紫色，补水至约35mL，再加入20mL硫酸溶液(1+5)，摇匀，作为试样溶液。使用吸收液B。进行限量试验，量取( $2\pm0.02$ )mL砷(As)标准溶液(相当于 $2.0\mu\text{g As}$ )制备限量标准溶液。

A. 6. 2 其他按GB/T 5009.76二乙氨基二硫代甲酸银比色法进行。

## A.7 铅的测定

### A.7.1 比色法（仲裁法）

按GB/T 5009.75进行。试样处理按干法消解法进行。临用前，将1mg/mL的铅（Pb）标准溶液稀释成5 $\mu$ g/mL的铅（Pb）标准溶液。测定时量取（25±0.02）mL试样溶液（相当于2.5g实验室样品）和（1±0.02）mL铅（Pb）标准溶液（相当于5 $\mu$ g Pb），分别置于125mL分液漏斗中，铅标准溶液中加1%硝酸溶液至25mL。

### A.7.2 原子吸收光谱法

试样处理按 GB/T 5009.75 干法消解法进行。其他按 GB 5009.12 进行。

## A.8 灼烧残渣的测定

称取约 2g 实验室样品，精确至 0.0001g。灼烧温度为(800±25)℃。其他按 GB/T 9741 进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.01%。

## A.9 富马酸和马来酸的测定

### A.9.1 方法提要

用高效液相色谱法，在选定的工作条件下，通过色谱柱使样品溶液中各组分分离，用紫外吸收检测器检测，用外标法定量，计算样品中富马酸及马来酸的含量。

### A.9.2 试剂和材料

A.9.2.1 富马酸：质量分数≥99.0%。

A.9.2.2 马来酸：质量分数≥99.0%。

A.9.2.3 氢氧化钠溶液：20g/L。

A.9.2.4 磷酸溶液：量取磷酸（优级纯）（1±0.02）mL于1000mL容量瓶中，加入100mL甲醇（HPLC 级，可根据柱效调整加入量），加水稀释至刻度，再经0.45 $\mu$ m滤膜过滤。

### A.9.3 仪器和设备

#### A.9.3.1 高效液相色谱系统(HPLC)

A.9.3.1.1 高压泵：无脉冲，能将流速保持在0.1mL/min～10.0 mL/min。

A.9.3.1.2 定量环：5 $\mu$ L。

A.9.3.1.3 紫外光检测器：可变波长。

A.9.3.1.4 数据处理系统：色谱工作站或数据处理机。

#### A.9.3.2 抽滤系统

抽滤系统使用孔径为 0.45 $\mu$ m 的纤维素酯膜滤纸（用于流动相的预处理）。

#### A.9.3.3 过滤系统

过滤系统使用孔径为 0.45 $\mu$ m 的纤维素酯膜滤纸（用于样品的预处理）。

#### A.9.3.4 进样器

自动进样器或微量进样器，50 $\mu$ L或100 $\mu$ L。

### A.9.4 色谱分析条件

推荐的色谱柱及典型色谱操作条件见表 A.1，富马酸和马来酸测定典型高效液相色谱图见附录 C 图 C.1，各组分的相对保留时间见附录 C 表 C.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件

均可使用。

表 A.1 色谱柱和典型色谱操作条件

色谱柱	柱长 250mm, 柱内径 4.6mm , 以硅胶为基质, 表面键合 C <sub>8</sub> 官能团的非极性填料色谱柱
柱温	15℃~60℃, 控制精度±1℃
流动相	磷酸溶液
流动速度/( mL/min)	1.0
检测器检测波长/nm	214
进样量/μL	5

#### A. 9.5 分析步骤

##### A. 9.5.1 标准样品溶液的制备

###### A. 9.5.1.1 富马酸标准样品溶液的制备

称取 50mg 富马酸, 精确至 0.0002g, 溶于适量水(必要时加入少量氢氧化钠溶液), 转移至 50mL 容量瓶, 用磷酸溶液稀释至刻度。

移取上述溶液 (1±0.02)mL, 置于 50mL 容量瓶, 用磷酸溶液稀释至刻度, 摆匀, 经 0.45μm 滤膜过滤, 再经超声波脱气处理。

###### A. 9.5.1.2 马来酸标准样品溶液的制备

称取 50mg 马来酸, 精确至 0.0002g, 溶于适量水(必要时加入少量氢氧化钠溶液), 转移至 250mL 容量瓶, 用磷酸溶液稀释至刻度。

移取上述溶液 (1±0.02)mL, 置于 100mL 容量瓶, 用磷酸溶液稀释至刻度, 摆匀, 经 0.45μm 滤膜过滤, 再经超声波脱气处理。

##### A. 9.5.2 样品溶液的制备

称取 0.2 g 实验室样品, 精确至 0.0002g, 置于 50mL 容量瓶, 以流动相稀释至刻度, 摆匀, 经 0.45μm 滤膜过滤, 再经超声波脱气处理。

##### A. 9.5.3 测定

按高效液相色谱操作规程开机预热, 调节温度及流量, 达到分析条件并基线平稳后, 将标准样品溶液进样。

用微量进样器取标准样品溶液 5μL, 进样(或自动进样), 记录所得的富马酸或马来酸的峰面积  $A_2$ 。

用微量进样器取样品溶液 5μL, 进样(或自动进样), 记录所得的待测物质的峰面积  $A_1$ 。

#### A. 9.6 结果计算

富马酸或马来酸的质量分数  $w_2$ , 数值以%表示, 按式(A.3)计算:

$$w_2 = \frac{A_1 \times m_2}{A_2 \times m} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A.3})$$

式中:

$A_1$ ——样品液中待测物质的峰面积;

$A_2$ ——标准样品溶液中富马酸或马来酸的峰面积;

$m_2$ ——标准样品溶液中富马酸或马来酸的进样量, 单位为微克(μg);

$m$ ——样品的进样量,单位为微克( $\mu\text{g}$ )。

## A. 10 水不溶物的测定

### A. 10. 1 分析步骤

称取 25.0g 实验室样品, 精确到 0.1g, 溶于 100mL 水中, 以干燥至质量恒定的坩埚式耐酸滤过漏斗过滤后, 以热水洗涤漏斗, 置于 100℃烘箱中干燥至恒重, 冷却称量。

### A. 10. 2 结果计算

水不溶物的质量分数  $w_3$ , 数值以%表示, 按式(A.4)计算:

$$w_3 = \frac{m_1}{m} \times 100 \% \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A.4})$$

式中:

$m_1$ ——滤渣质量的数值, 单位为克(g);

$m$ ——试料质量的数值, 单位为克(g)。

附录 B  
(规范性附录)  
DL-苹果酸红外标准谱图

图 B.1 给出了 DL-苹果酸红外标准谱图。

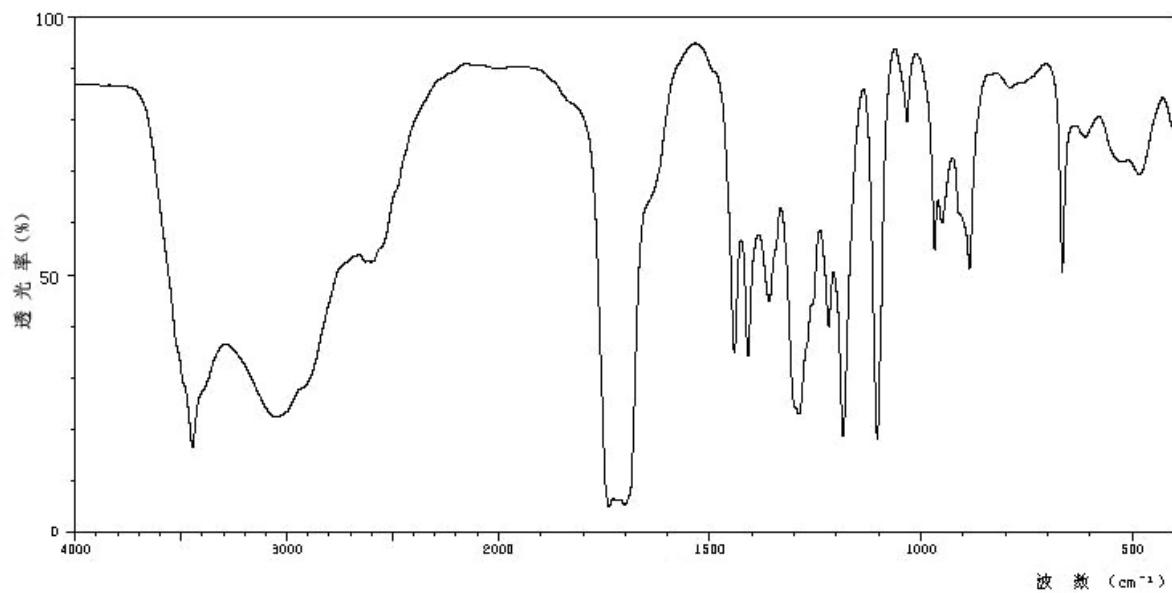


图 B.1 DL-苹果酸红外标准谱图

附录 C  
(规范性附录)

富马酸和马来酸测定典型高效液相色谱图和各组分的相对保留时间

C.1 图C.1给出了富马酸和马来酸测定典型高效液相色谱图。

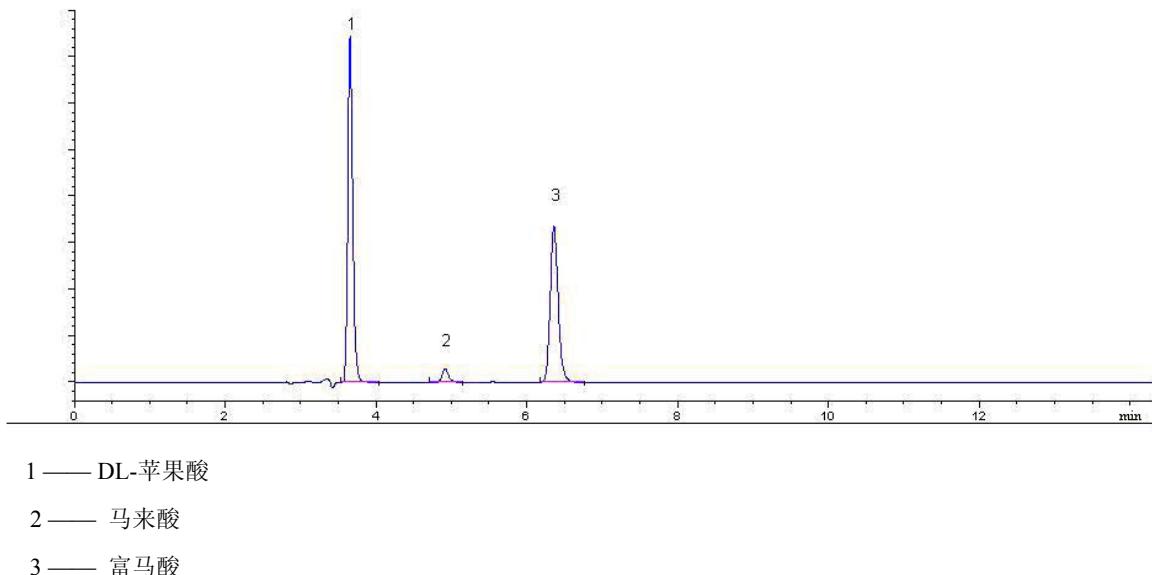


图 C.1 富马酸和马来酸测定典型高效液相色谱图

C.2 表 C.1 给出了各组分的相对保留时间。

表 C.1 各组分的相对保留时间

峰序	组分名称	相对保留时间
1	DL-苹果酸	1
2	马来酸	1.34
3	富马酸	1.74