

中华人民共和国国家标准

GB 1886.324—2021

食品安全国家标准 食品添加剂 偏酒石酸

2021-02-22 发布

2021-08-22 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国 家 市 场 监 督 管 理 总 局 发 布

食品安全国家标准

食品添加剂 偏酒石酸

1 范围

本标准适用于以酒石酸为原料,经 168 ℃~172 ℃烘烤 3.5 h,或加热至 180 ℃~190 ℃,然后自然冷却制得的食品添加剂偏酒石酸。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

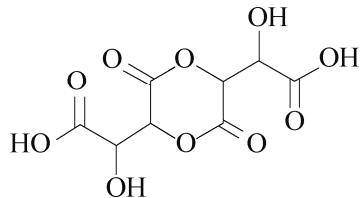
2.1 化学名称

偏酒石酸

2.2 分子式

$C_8H_8O_{10}$

2.3 结构式



2.4 相对分子质量

264.142(按 2018 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
状态	颗粒状多孔固体	取适量试样置于白搪瓷盘内,在自然光线下观察色泽和状态,嗅其气味
色 泽	白色或微黄色,10%乙醇溶液无色透明或略带琥珀色	
气 味	微酸	

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
总酸量(以干基计), w/%	≥ 99.0	附录 A 中 A.3
脱羧度 ^a /%	≥ 30.0	附录 A 中 A.3
灼烧残渣,w/%	≤ 0.05	GB/T 19741
草酸盐	通过试验	附录 A 中 A.4
硫酸盐	通过试验	附录 A 中 A.5
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 2.0	GB 5009.75—2014 第二法或 GB 5009.12—2017 第一法
砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 2.0	GB 5009.76—2014 第二法

^a 酒石酸在聚合时失去羧基的百分数。

附录 A

检验方法

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.1 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 中规定的三级水。试验方法中所用溶液、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.2 鉴别试验

A.2.1 试剂和材料

A.2.1.1 硫酸溶液: $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=0.002\ 5\ \text{mol/L}$ 。

A.2.1.2 微孔滤膜: $0.22\ \mu\text{m}$ 。

A.2.2 仪器和设备

A.2.2.1 高效液相色谱仪,二极管阵列检测器。

A.2.2.2 分析天平:感量 $0.000\ 1\ \text{g}$ 。

A.2.2.3 微量进样器: $10\ \mu\text{L}$ 。

A.2.3 参考色谱条件

A.2.3.1 色谱柱:Rezex ROA-Organic Acid, $300\ \text{mm} \times 7.8\ \text{mm}, 8\ \mu\text{m}$, 或者满足条件的其他色谱柱。

A.2.3.2 柱温: $40\ ^\circ\text{C}$ 。

A.2.3.3 流动相: $0.002\ 5\ \text{mol/L}$ 硫酸溶液。

A.2.3.4 流速: $0.4\ \text{mL/min}$ 。

A.2.3.5 进样量: $10\ \mu\text{L}$ 。

A.2.3.6 检测波长: $210\ \text{nm}$ 。

A.2.4 分析步骤

A.2.4.1 0.002 5 mol/L 硫酸溶液配制

在 $1\ 000\ \text{mL}$ 烧杯中加入 $800\ \text{mL}$ 超纯水,缓慢加入 $136\ \mu\text{L}$ 98%的浓硫酸,用玻璃棒缓慢搅匀,待溶液冷却至室温后,将所配制溶液移入 $1\ 000\ \text{mL}$ 容量瓶中定容至 $1\ 000\ \text{mL}$ 。

A.2.4.2 溶液配制

称取 $0.010\ \text{g}$ 的待测样品,放入 $50\ \text{mL}$ 的烧杯中,加入 $30\ \text{mL}$ 的 $0.002\ 5\ \text{mol/L}$ 硫酸溶液,搅拌至样品完全溶解后移入 $100\ \text{mL}$ 容量瓶中,用 $0.002\ 5\ \text{mol/L}$ 硫酸溶液定容至 $100\ \text{mL}$ 。

A.2.4.3 测定

取 $10\ \text{mL}$ 配制好的样品溶液过 $0.22\ \mu\text{m}$ 的滤膜后,取 $10\ \mu\text{L}$ 处理后的样品溶液注入液相色谱仪,进行高效液相色谱分析,记录色谱峰保留时间,根据保留时间判断是否是偏酒石酸。偏酒石酸在给定的

色谱条件和试剂条件下,保留时间为 10.0 min。见图 A.1。

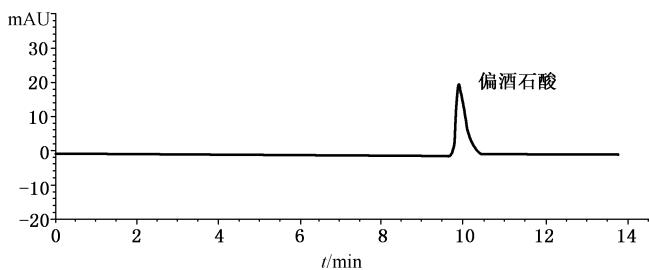


图 A.1 偏酒石酸液相色谱图

A.3 总酸量(以干基计)和脱羧度的测定

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 溴百里酚蓝溶液:4.0 g/L。

A.3.1.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=1.0 \text{ mol/L}$ 。

A.3.1.3 硫酸溶液: $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.5 \text{ mol/L}$ 。

A.3.2 分析步骤

称取 2.000 g 样品, 加 100 mL 去离子水加热溶解备用。取新配制的偏酒石酸溶液 50 mL 放入 250 mL 锥形瓶中, 滴加 3 滴溴百里酚蓝指示剂, 用 1.0 mol/L 的氢氧化钠溶液滴定至溶液呈蓝绿色, 稳定 30 s 不变色, 记录氢氧化钠的消耗体积 V_1 。继续加入 20.0 mL 1.0 mol/L 的氢氧化钠溶液, 盖上瓶塞, 在室温下静置 2 h, 然后用 0.5 mol/L 的硫酸滴定过量的氢氧化钠至溶液呈蓝绿色, 记录硫酸的消耗量 V_2 。

在测定前需要将测试样品在 120 °C 烘箱中烘干至恒重后再进行称取。

A.3.3 结果计算

每消耗 1.0 mL 1.0 mol/L 的氢氧化钠溶液, 相当于溶液中含有 0.075 g 酒石酸。

待测样品中总酸量(包括游离的和脱羧酯化的酸) w 按式(A.1)计算。

式中 i

w ——总酸量, % (保留三位有效数字);

0.075 ——换算系数；

V₁ ——第一次滴定所用氢氧化钠的体积,单位为毫升(mL)(读数精确到0.1mL);

20.0 ——第一次滴定后氢氧化钠溶液的加入量,单位为毫升(mL)(读数精确到0.1mL);

V_2 ——第二次滴定所用硫酸的体积,单位为毫升(mL)(读数精确到0.1mL);

m ——所称取的样品质量,单位为克(g)。

待测样品的脱羧度 T 按式(A.2)计算。

式中，

T ——脱羧度, % (保留三位有效数字);

20.0 ——第一次滴定后氢氧化钠溶液的加入量,单位为毫升(mL)(读数精确到0.1mL);

V_2 ——第二次滴定所用硫酸的体积,单位为毫升(mL)(读数精确到0.1 mL);

V_1 ——第一次滴定所用氢氧化钠的体积,单位为毫升(mL)(读数精确到0.1 mL)。

上述测定均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.4 草酸盐试验

A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 氨水溶液:10%。

A.4.1.2 硫酸钙饱和溶液。

A.4.2 分析步骤

称取1.00 g样品,溶于10 mL水中,用氨水溶液中和至中性,再加10 mL硫酸钙饱和溶液,摇匀后观察,不得出现浑浊。

A.5 硫酸盐试验

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 盐酸溶液:1+4。

A.5.1.2 氯化钡溶液:称取12.0 g $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 溶于100 mL水中。

A.5.2 分析步骤

称取1.00 g样品,溶于100 mL水中,加热溶解。取10 mL该溶液置于试管中,加入3滴盐酸溶液及1 mL氯化钡溶液,摇匀后观察,不得出现浑浊。
