

中华人民共和国国家标准

GB 30608—2014

食品安全国家标准 食品添加剂 DL-苹果酸钠

2014-04-29 发布

2014-11-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

食品安全国家标准

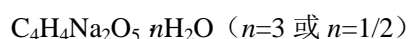
食品添加剂 DL-苹果酸钠

1 范围

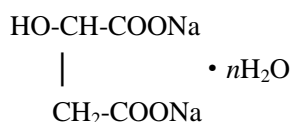
本标准适用于以苹果酸和氢氧化钠反应，经结晶、干燥制得食品添加剂DL-苹果酸钠。

2 分子式、结构式和相对分子质量

2.1 分子式



2.2 结构式



2.3 相对分子质量

三水结晶品 232.10（按 2011 年国际相对原子质量）

半水结晶品 187.06（按 2011 年国际相对原子质量）

3 要求

3.1 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	取适量试样，置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，观察色泽和状态
状态	结晶性粉末或块状	

3.2 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
	三水结晶品	半水结晶品	
DL-苹果酸钠（以 $\text{C}_4\text{H}_4\text{Na}_2\text{O}_5$ 计）含量，w/%	98.0~102.0		附录 A 中 A.3
碱度（以 Na_2CO_3 计），w/%	≤	0.2	GB/T 9736
干燥减量，w/%	20.5~23.5	≤7.0	附录 A 中 A.4
铅（Pb）/（mg/kg）	≤	2.0	GB 5009.12
富马酸，w/%	≤	1.0	附录 A 中 A.5
马来酸，w/%	≤	0.05	附录 A 中 A.5

附录 A

检验方法

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。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 对氨基苯磺酸。

A.2.1.2 盐酸溶液：1+1。

A.2.1.3 乙酸钴-双氧铀溶液：

称取4 g乙酸双氧铀，置于50 mL乙酸溶液（60 g/L）中，加热使溶解；称取20 g乙酸钴，同样置于50 mL乙酸溶液（60 g/L）中；在温热状态下将两溶液混合，冷却至约20℃并保持2 h，过滤，即得。

A.2.1.4 亚硝酸钠溶液：200 g/L。

A.2.1.5 氢氧化钠溶液：40 g/L。

A.2.2 溶解性试验

称取1 g试样，精确至0.01 g，用水溶解并稀释至10 mL，溶液应澄清。

A.2.3 钠盐试验

铂丝用盐酸溶液湿润后，蘸取试样，在无色火焰中燃烧，火焰应显亮黄色。

称取1 g试样，精确至0.01 g，用适量的水溶解，加1 mL盐酸溶液，用水稀释至20 mL。取1 mL该溶液，加5 mL乙酸钴-双氧铀溶液，振摇，有黄色沉淀产生。

A.2.4 苹果酸盐试验

称取1 g试样，精确至0.01 g，加适量的水溶解并稀释至20 mL。取试样溶液5 mL放入瓷蒸发皿中，加对氨基苯磺酸10 mg，在水浴上加热数分钟，加亚硝酸钠溶液5 mL，略加热，滴加氢氧化钠溶液使成碱性，应显红色。

A.3 DL-苹果酸钠（以 $C_4H_4Na_2O_5$ 计）含量的测定

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 冰乙酸。

A.3.1.2 高氯酸标准滴定溶液： $c(\text{HClO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.3.1.3 结晶紫指示液：2 g/L。

A.3.2 分析步骤

称取0.15 g干燥后的试样，精确至0.000 1 g，加30 mL冰乙酸溶解，用高氯酸标准滴定溶液滴定。用

电位计指示终点。当用指示剂判断终点时,加几滴结晶紫指示液,溶液由紫色经过蓝色变为绿色即为终点。

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.3.3 结果计算

DL-苹果酸钠(以 $C_4H_4Na_2O_5$ 计)的质量分数 w_1 ,按公式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{(v_1 - v_0) \times c \times M}{m \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

v_0 ——空白试验消耗高氯酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

v_1 ——试样消耗高氯酸标准滴溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——高氯酸标准滴溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——苹果酸钠的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(C_4H_4Na_2O_5)$]=89.03);

m ——试样的质量,单位为克(g);

1000——换算因子。

A.4 干燥减量的测定

A.4.1 分析步骤

称取4g试样,精确至0.0002g,置于已烘至质量恒定的称量瓶中,在 $120\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 的恒温干燥箱中干燥2h,调整温度至 $160\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$,再干燥2h,取出,置于干燥器中冷却至室温,称量。

A.4.2 结果计算

干燥减量的质量分数 w_2 ,按公式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

m ——干燥前试样的质量,单位为克(g);

m_1 ——干燥后试样的质量,单位为克(g)。

A.5 富马酸和马来酸含量的测定

A.5.1 方法提要

用高效液相色谱法,在选定的工作条件下,以磷酸氢二铵溶液为流动相,用高压输液泵将流动相泵入C18色谱柱使试样溶液中各组分进行分离,用紫外检测器进行检测,由数据处理系统记录和处理色谱信号。

A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 水:符合GB/T 6682-2008的一级水。

A.5.2.2 富马酸:色谱纯。

A.5.2.3 马来酸:色谱纯。

A.5.3 仪器和设备

高效液相色谱仪,带脱气装置,配备紫外检测器。

A.5.4 参考色谱条件

A. 5. 4. 1 流动相：取磷酸氢二铵20 g，加入约900 mL水溶解后，用磷酸调节溶液的pH为2，然后用0.45 μm的滤膜过滤，再定容至1000 mL。

A. 5. 4. 2 色谱柱：C18，填料孔径12 nm，填料粒径5 μm，柱长250 mm，柱内径4.6 mm，或其他等效色谱柱。

A. 5. 4. 3 流速：0.8 mL/min。

A. 5. 4. 4 柱温：40 ℃。

A. 5. 4. 5 波长：210 nm。

A. 5. 4. 6 进样量：20 μL。

A. 5. 5 分析步骤

A. 5. 5. 1 工作曲线的绘制

按表 A.1 中 DL-苹果酸、马来酸和富马酸浓度标准系列，配制出两种不同浓度的混合标准溶液，按照浓度和峰面积绘制工作曲线，各物质的保留时间参照表 A.2。

表 A.1 各物质浓度标准系列

名 称	DL-苹果酸	马来酸	富马酸
标准浓度 1/ (mg/L)	约 50	约 0.5	约 1.5
标准浓度 2/ (mg/L)	约 100	约 1	约 3
标准浓度 3/ (mg/L)	约 250	约 2.5	约 7.5
标准浓度 4/ (mg/L)	约 500	约 5	约 15
标准浓度 5/ (mg/L)	约 1000	约 10	约 30
标准浓度 6/ (mg/L)	约 2000	约 20	约 60

表 A.2 各物质的保留时间

名 称	DL-苹果酸	马来酸	富马酸
保留时间/min	3.06	4.50	5.32

A. 5. 5. 2 试样溶液的制备

称取0.5 g试样，精确至0.000 2 g，于100 mL容量瓶，加少量水溶解并稀释至刻度，混匀。色谱分析前用0.45 μm微孔滤膜过滤。

A. 5. 5. 3 测定

在规定的色谱条件下，取标准溶液和试样溶液各20 μL分别注入液相色谱仪，在工作曲线上查得试液中富马酸或马来酸的浓度。

A. 5. 6 结果计算

富马酸或马来酸含量的质量分数以 w_3 计，按公式 (A.3) 计算：

$$w_3 = \frac{c \times 100 / 1000}{1000 \times m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

c ——测定得到的试样中富马酸或马来酸的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

m ——试样的质量，单位为克（g）；

100——试样的定容体积，单位为毫升（mL）；

1000——换算因子。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于其算术平均值的 10%。
