



中华人民共和国国家标准

GB 1886.40—2015

食品安全国家标准 食品添加剂 L-苹果酸

2015-11-13 发布

2016-05-13 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本标准代替 GB 13737—2008《食品添加剂 L-苹果酸》。

本标准与 GB 13737—2008 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 L-苹果酸”。

食品安全国家标准

食品添加剂 L-苹果酸

1 范围

本标准适用于以酶工程法、发酵法制得的食品添加剂 L-苹果酸。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

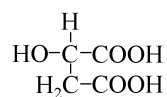
2.1 化学名称

L-羟基丁二酸

2.2 分子式

$C_4H_6O_5$

2.3 结构式



2.4 相对分子质量

134.09(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	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光下观察其色泽和状态,嗅其气味
状态	结晶或结晶粉末	
气味	特殊的酸味	

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
L-苹果酸(C ₄ H ₆ O ₅)含量, w/%	≥ 99.0	附录 A 中 A.4
比旋光度 α _m (20℃, D)/[(°)·dm ² ·kg ⁻¹]	-1.6~-2.6	附录 A 中 A.5
灼烧残渣, w/%	≤ 0.10	附录 A 中 A.6
澄清度	通过试验	附录 A 中 A.7
硫酸盐(以 SO ₄ 计), w/%	≤ 0.02	附录 A 中 A.8
氯化物(以 Cl 计), w/%	≤ 0.004	附录 A 中 A.9
富马酸, w/%	≤ 0.5	附录 A 中 A.10
马来酸, w/%	≤ 0.05	
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤ 10.0	GB 5009.74
砷(As)/(mg/kg)	≤ 2.0	GB 5009.76
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 2.0	GB 5009.75

附录 A 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健康措施。

A.2 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。试验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 的规定制备。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.3 鉴别试验

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 氨水溶液:2+3。

A.3.1.2 对氨基苯磺酸溶液:10 g/L。

A.3.1.3 亚硝酸钠溶液:200 g/L。

A.3.1.4 氢氧化钠溶液:40 g/L。

A.3.2 鉴别方法

A.3.2.1 苹果酸氨盐呈色试验

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

A.3.2.2 旋光特性试验

试验方法同 A.5,试样水溶液应呈左旋特性。

A.4 L-苹果酸($C_4H_6O_5$)含量的测定

A.4.1 方法提要

以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定试样水溶液,根据氢氧化钠标准滴定溶液的用量,计算以 $C_4H_6O_5$ 计的总酸含量为 L-苹果酸含量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 无二氧化碳的水。

A.4.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=1.0 \text{ mol/L}$ 。

A.4.2.3 酚酞指示液:10 g/L。

A.4.3 分析步骤

A.4.3.1 称取 2.0 g 试样,精确至 0.000 2 g,加 20 mL 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 30 s 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,对不加试样而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

A.4.4 结果计算

L-苹果酸($C_4H_6O_5$)的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{V_1 - V_0}{1\,000} \times c \times M}{m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(A.1)$$

式中:

V_1 ——试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

1 000——换算系数;

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——L-苹果酸的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), $[M(\frac{1}{2}C_4H_6O_5) = 67.04]$;

m_1 ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

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

A.5 比旋光度 $\alpha_m(20\text{ }^\circ\text{C}, D)$ 的测定

A.5.1 称取 4.25 g 试样,精确至 0.001 g,加入 20 mL 水溶解,移至 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

比旋光度 $\alpha_m(20\text{ }^\circ\text{C}, D)$,以“ $(^\circ) \cdot \text{dm}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$ ”表示,按式(A.2)计算:

$$\alpha_m(20\text{ }^\circ\text{C}, D) = \frac{\alpha}{l \times \rho_a} \quad \dots\dots\dots(A.2)$$

式中:

α ——测得的旋光角,单位为度($^\circ$);

l ——旋光管的长度,单位为分米(dm);

ρ_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 的规定进行。

A.6 灼烧残渣的测定

称取 2.5 g 试样,精确至 0.001 g。其他按 GB/T 9741 的规定进行。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02 %。

A.7 澄清度的测定

A.7.1 方法提要

将试样溶于水,与标准比浊溶液进行比较。

A.7.2 试剂和材料

A.7.2.1 硝酸溶液:1+2。

A.7.2.2 糊精溶液:20 g/L。

A.7.2.3 硝酸银溶液:20 g/L。

A.7.2.4 盐酸标准溶液: $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.7.2.5 浊度标准溶液:含氯(Cl)0.01 mg/mL。量取 $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$ 盐酸标准滴定溶液 14.1 mL \pm 0.02 mL,置于 50 mL 容量瓶中,稀释至刻度。量取该溶液 10 mL \pm 0.02 mL 于 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

A.7.3 分析步骤

称取约 1.0 g 试样,精确至 0.01 g,置于比色管中,加入 20 mL 水溶解,做为试样溶液;取另一只比色管,准确加入 0.50 mL 浊度标准溶液,加水至 20 mL,加 1 mL 硝酸溶液、0.2 mL 糊精溶液及 1 mL 硝酸银溶液,摇匀,避光放置 15 min,作为标准比浊溶液。

在无阳光直射情况下,轴向及侧向观察,试样溶液的浊度不大于标准比浊溶液的浊度,即为通过试验。

A.8 硫酸盐(以 SO_4 计)的测定

A.8.1 方法提要

在酸性(盐酸)溶液中,试样中的硫酸盐和氯化钡生成硫酸钡白色沉淀,与标准比浊溶液进行比较,做限量试验。

A.8.2 试剂和材料

A.8.2.1 盐酸溶液:1+4。

A.8.2.2 氯化钡溶液:250 g/L。

A.8.2.3 硫酸盐(SO_4)标准溶液:0.1 mg/mL。

A.8.3 分析步骤

称取 1 g 试样,精确至 0.01 g,置于 50 mL 比色管中,同时量取 2 mL \pm 0.02 mL 硫酸盐(SO_4)标准溶液置于另一只 50 mL 比色管中。两只比色管中分别加入 0.5 mL 盐酸溶液、1 mL 氯化钡溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置 10 min 后观察,试样溶液产生的浊度不深于标准比浊溶液产生的浊度,即为通过试验。

A.9 氯化物(以 Cl 计)的测定

A.9.1 试剂和材料

氯化物(Cl)标准溶液:0.1 mg/mL。

A.9.2 分析步骤

称取 1.0 g 试样,精确至 0.01 g。量取 0.4 mL 氯化物(Cl)标准溶液(含氯化物 0.04 mg)制备限量标准液。样品所呈浊度不得大于标准。其他按 GB/T 9729 的规定进行。

A.10 富马酸或马来酸的测定

A.10.1 方法提要

用高效液相色谱法,在选定的工作条件下,通过色谱柱使试样溶液中各组分分离,用紫外吸收检测器检测,用外标法定量,计算试样中富马酸或马来酸的含量。

A.10.2 试剂和材料

A.10.2.1 氢氧化钠溶液:20 g/L;

A.10.2.2 磷酸溶液:量取 1 mL \pm 0.02 mL 磷酸(优级纯试剂)于 1 000 mL 容量瓶中,加入 100 mL 甲醇(HPLC 级试剂)(可根据柱效调整加入量),加水稀释至刻度,再经 0.45 μ m 滤膜过滤。

A.10.2.3 富马酸标准品:纯度 \geq 99.0 %。

A.10.2.4 马来酸标准品:纯度 \geq 99.0 %。

A.10.3 仪器和设备

A.10.3.1 高效液相色谱仪

配备紫外检测器,或其他等效的检测器。

A.10.3.2 高压泵

无脉冲,能将流速保持在 0.1 mL/min \sim 10.0 mL/min。

A.10.3.3 抽滤系统

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

A.10.3.4 过滤系统

过滤系统使用孔径为 0.45 μ m 的纤维素酯膜滤纸(用于试样的预处理)。

A.10.4 参考色谱条件

推荐的色谱柱及典型操作条件见表 A.1,富马酸或马来酸含量测定典型高效液相色谱图参见附录 B 图 B.1,各组分的相对保留时间参见附录 B 表 B.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

项 目	条 件
色谱柱	柱长 250 mm,柱内径 4.6 mm,以硅胶为基质,表面键合 C ₈ 官能团的非极性填料色谱柱
柱温	室温至 60 °C,控制精度 \pm 1 °C
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/ μ L	5

A.10.5 分析步骤

A.10.5.1 标准溶液的制备

A.10.5.1.1 富马酸标准溶液的制备

称取 50 mg 富马酸标准品,精确至 0.2 mg,溶于适量水(必要时加入少量氢氧化钠溶液),转移至 50 mL 容量瓶,用磷酸溶液稀释至刻度。移取该溶液 1 mL±0.02 mL,置于 50 mL 容量瓶中,用磷酸溶液稀释至刻度,摇匀,经 0.45 μm 滤膜过滤,再经超声波脱气处理。

A.10.5.1.2 马来酸标准溶液的制备

称取 50 mg 马来酸标准品,精确至 0.2 mg,溶于适量水(必要时加入少量氢氧化钠溶液),转移至 250 mL 容量瓶,用磷酸溶液稀释至刻度。移取该溶液 1 mL±0.02 mL,置于 100 mL 容量瓶中,用磷酸溶液稀释至刻度,摇匀,经 0.45 μm 滤膜过滤,再经超声波脱气处理。

A.10.5.2 试样溶液的制备

称取 0.2 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 50 mL 容量瓶中,用磷酸溶液稀释至刻度,摇匀,经 0.45 μm 滤膜过滤,再经超声波脱气处理。

A.10.5.3 测定

在 A.10.4 参考色谱条件下,分别对试样溶液、标准溶液进行色谱分析。记录试样溶液色谱图中待测物质的峰面积 A_1 和标准溶液色谱图中富马酸或马来酸的峰面积 A_2 。

A.10.6 结果计算

富马酸或马来酸的质量分数 w_2 ,按式(A.3)计算:

$$w_2 = \frac{A_1 \times m_2}{A_2 \times m_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

A_1 ——试样溶液色谱图中待测物质的峰面积;

m_2 ——标准溶液中富马酸或马来酸的进样量,单位为微克(μg);

A_2 ——标准溶液色谱图中富马酸或马来酸的峰面积;

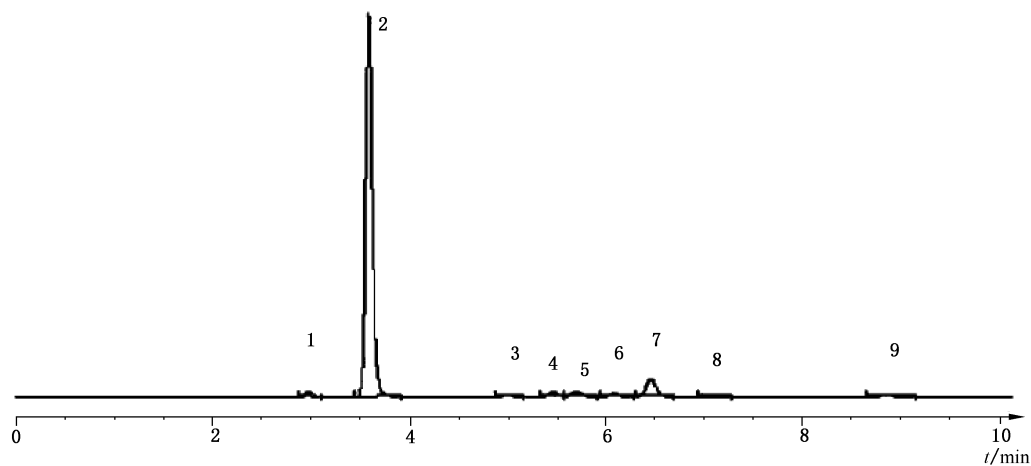
m_3 ——试样的进样量,单位为微克(μg)。

附录 B

富马酸或马来酸含量测定典型高效液相色谱图和相对保留时间

B.1 富马酸或马来酸含量测定典型高效液相色谱图

富马酸或马来酸含量测定典型高效液相色谱图见图 B.1。



说明：

- 1、4、5、8、9 —— 未知峰；
 2 —— L-苹果酸；
 3 —— 马来酸；
 6 —— 丁二酸；
 7 —— 富马酸。

图 B.1 富马酸或马来酸含量测定典型高效液相色谱图

B.2 各组分的相对保留时间

各组分的相对保留时间见表 B.1。

表 B.1 各组分的相对保留时间

峰序	组分名称	相对保留时间/min
1、4、5、8、9	未知峰	—
2	L-苹果酸	1
3	马来酸	1.40
6	丁二酸	1.70
7	富马酸	1.80