

UDC 678.044 : 664
X 42



中华人民共和国国家标准

GB 15358-94

食 品 添 加 剂

DL-酒石酸

Food additive
DL-Tartaric acid

1994-12-30 发布

1995-10-01 实施

国家技术监督局 发布

(京)新登字 023 号

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食 品 添 加 剂
DL-酒石酸

GB 15358—94

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电 话:8522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 11千字

1995年5月第一版 1995年5月第一次印刷

印数 1—2 000

*

书号: 155066·1-11458 定价 8.00 元

*

标 目 262—39

中华人民共和国国家标准

食品 添加 剂

DL-酒石酸

GB 15358—94

Food additive
DL-Tartaric acid

1 主题内容与适用范围

本标准规定了食品添加剂 DL-酒石酸的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存等。

本标准适用于以顺丁烯二酸酐和过氧化氢为原料经氧化、水解而制得的 DL-酒石酸。该产品主要用作糖果、饼干、罐头等食品的酸度调节剂、膨松剂。

分子式： $C_4H_6O_6 \cdot nH_2O$ (结晶品 $n=1$, 无水品 $n=0$)

化学名称：2,3-二羟基丁二酸

相对分子质量：结晶品 168.11；无水品 150.09 (按 1989 年国际相对原子质量)

2 引用标准

- GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备
- GB/T 613 化学试剂 比旋光度测定通用方法
- GB/T 617 化学试剂 熔点范围测定通用方法
- GB/T 6284 化工产品中水分含量测定的通用方法 重量法
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 8450 食品添加剂中砷的测定方法
- GB/T 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法

3 产品分类

本品有结晶品(含一个结晶水)及无水品,分别称为 DL-酒石酸(结晶品)及 DL-酒石酸(无水品)。

4 技术要求

4.1 外观

结晶品为无色结晶或白色结晶粉末;无水品为白色颗粒或粉末。

4.2 食品添加剂 DL-酒石酸应符合下表要求。

项 目	指 标	
	结晶品	无水品
DL-酒石酸含量(以干基计),%	≥ 99.5	99.5
熔点范围,℃	200~206	200~206
硫酸盐(以 SO ₄ 计),%	≤ 0.04	0.04
重金属(以 Pb 计),%	≤ 0.001	0.001
砷(以 As 计),%	≤ 0.0002	0.0002
易氧化物	合格	合格
加热减量,%	≤ 11.5	0.5
灼烧残渣,%	≤ 0.10	0.10

5 试验方法

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和蒸馏水或相应纯度的水。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他规定时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

5.1 鉴别试验

5.1.1 旋光性试验

称取试样 1 g,加水 10 mL 溶解,按 GB/T 613 之规定进行测定,应无旋光性。

5.1.2 酸碱性试验

称取试样 1 g,加水 10 mL 溶解,用蓝色石蕊试纸测试,应呈红色。

5.1.3 酒石酸盐的反应性试验

5.1.3.1 试剂和溶液

- a. 硝酸;
- b. 硫酸;
- c. 氢氧化钠溶液:40 g/L;
- d. 硝酸银溶液:20 g/L;
- e. 氨水溶液:2→5;
- f. 乙酸溶液:1→4;
- g. 硫酸亚铁溶液:80 g/L;
- h. 过氧化氢溶液:1→10;
- i. 间苯二酚溶液:20 g/L;
- j. 溴化钾溶液:100 g/L。

5.1.3.2 分析步骤

称取试样 5 g,加少量水溶解,再用氢氧化钠溶液中和至中性,加水配至 100 mL,作为样品溶液 A。然后按下述方法进行。

a. 加硝酸银溶液于样品溶液 A 中,生成白色沉淀。分离该沉淀,加硝酸于其一部分时,沉淀即溶解。加氨水溶液于另一部分并加温,沉淀溶解且应慢慢生成银镜。

b. 加乙酸溶液 2 滴,硫酸亚铁溶液 1 滴,过氧化氢溶液 2~3 滴及过量的氢氧化钠溶液于样品溶液 A 中,即显红紫~紫色。

c. 在预先加有间苯二酚溶液 2~3 滴及溴化钾溶液 2~3 滴的硫酸 5 mL 中加入样品溶液 A 2~3 滴,于水浴上加热 5~10 min,溶液应显深蓝色,冷却后,注到过量的水中时,显红色。

5.2 DL-酒石酸含量的测定

5.2.1 方法提要

试样(先经干燥)的水溶液,在酚酞指示液存在下,用已知浓度的碱标准滴定溶液滴定,测出试样的总酸度(以 $C_4H_6O_6$ 计)。

5.2.2 试剂和溶液

- a. 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$;
- b. 酚酞指示液: 10 g/L 。

5.2.3 分析步骤

5.2.3.1 结晶品的样品处理

称取试样约 5 g ,精确至 0.0002 g ,置于已恒重的带盖称量瓶中,于 $105\sim 110^\circ\text{C}$ 的烘箱内干燥至恒重,为干燥物 B。

5.2.3.2 测定

结晶品:称取 5.2.3.1 条中的干燥物 B 约 2 g ,精确至 0.0002 g ;无水产品:称取 5.8 条中的干燥物 C 约 2 g ,精确至 0.0002 g 。用水溶解,移至 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,用移液管移取 25 mL 于 250 mL 锥形瓶中,加酚酞指示液 $2\sim 3$ 滴,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微粉红色,保持 10 s 不褪色为终点。同时做空白试验。

5.2.4 分析结果的表述

DL-酒石酸(以 $C_4H_6O_6$ 计)的含量(X_1)以质量百分数表示,按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 0.07504}{m_1} \dots\dots\dots(1)$$

式中: V_1 ——试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL ;

V_2 ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL ;

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L ;

m_1 ——试样质量, g ;

0.07504——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的 DL-酒石酸的质量。

5.2.5 允许差

两次平行测定结果差值不大于 0.2% ,取其算术平均值为测定结果。

5.3 熔点范围的测定

5.3.1 试样为 5.8 条中干燥物 C,加热装置选用圆底烧杯,传热液体采用硅油,其余按 GB/T 617 的规定进行。

5.3.2 允许差

两次平行测定结果的差值,初熔点和终熔点均不得超过 0.4°C ,取其算术平均值为测定结果。

5.4 硫酸盐(以 SO_4 计)的测定

称取试样 0.25 g ,精确至 0.01 g 。放入 50 mL 比色管中,加水约 20 mL 溶解,作为检测液。限量标准取硫酸盐标准溶液 1.00 mL (每 1 mL 相当于 0.1 mg SO_4),其余按 GB/T 9728 的规定进行。

5.5 重金属(以 Pb 计)限量的测定

5.5.1 试剂和溶液

- a. 硝酸;
- b. 盐酸溶液: $1\rightarrow 4$;
- c. 冰乙酸溶液: $1\rightarrow 20$;
- d. 氨水溶液: $1\rightarrow 4$;
- e. 硫化钠溶液:称取硫化钠 5 g ,用水 10 mL 与甘油 30 mL 的混合液溶解,配制三个月内有效;

f. 铅标准溶液:0.01 mg Pb/mL,取含0.1 mgPb/mL的溶液10 mL于100 mL容量瓶中,稀释至刻度;

g. 酚酞指示液:10 g/L。

5.5.2 分析步骤

取5.9条中的残渣D,加盐酸溶液1 mL及硝酸0.2 mL,置水浴上蒸干,加盐酸溶液1 mL及水20 mL溶解,必要时过滤,加酚酞指示液1滴,滴加氨水溶液至溶液呈微红色,加冰乙酸溶液0.5 mL,移入50 mL比色管中,加水至25 mL,加入硫化钠溶液2滴,摇匀,于暗处放置5 min,其颜色不得深于标准。

限量标准取2.00 mL铅标准溶液,与试样同时同样处理。

5.6 砷(以As计)的测定

5.6.1 试剂和溶液

砷标准溶液:0.001 mgAs/mL,取含0.1 mgAs/mL的溶液10 mL于1 000 mL容量瓶中,稀释至刻度。

5.6.2 分析步骤

称取试样1.0 g,置于砷斑法测定用锥形瓶中,用水10 mL溶解,限量标准取砷标准溶液2.00 mL,其余按GB/T 8450中砷斑法的规定进行。

5.7 易氧化物的测定

5.7.1 方法提要

在酸性条件下,试样中的易氧化物与高锰酸钾溶液反应,使高锰酸钾溶液的紫色褪去,用目视计时法进行测定。

5.7.2 试剂和溶液

a. 硫酸溶液:1→20;

b. 高锰酸钾标准滴定溶液: $c(1/5\text{KMnO}_4)=0.1\text{ mol/L}$ 。

5.7.3 分析步骤

称取试样1.0 g,加水25 mL及硫酸溶液25 mL溶解,在保持 $20\pm 1^\circ\text{C}$ 下,加高锰酸钾标准滴定溶液4.0 mL,试液的紫色在静置条件下3 min内不应消失。

5.8 加热减量的测定

5.8.1 方法提要

试样在烘箱中干燥,失去表面水和结晶水以及易挥发性物质,用称量法计算其损失量。

5.8.2 分析步骤

结晶品的试样量为1 g,精确至0.0002 g;无水品的试样量为6 g,精确至0.0002 g。其他按GB/T 6284的规定进行。结晶品的干燥物C留作测定熔点范围,无水品的干燥物C留作测定含量和熔点范围。

5.8.3 允许差

两次平行测定结果差值不大于0.05%,取其算术平均值为测定结果。

5.9 灼烧残渣的规定

5.9.1 试剂

硫酸。

5.9.2 仪器

a. 瓷坩埚:25 mL;

b. 高温电炉;

c. 硅胶干燥器。

5.9.3 分析步骤

称取试样2 g,精确至0.0002 g,置于25 mL坩埚中,加入硫酸数滴滴湿,缓慢加热,使之在低温下

尽量全部灰化,冷却至室温,再加硫酸 1 mL,慢慢加热至白烟消尽,在 $500 \pm 50^\circ\text{C}$ 的高温炉中灼烧 3 h,于硅胶干燥器中冷却至室温后称量,精确至 0.0001 g。此时的残渣质量应在试样质量的 0.10% 以下。如不然,应将残渣灼烧至恒重。灼烧后残渣 D 留作测定重金属。

5.9.4 分析结果的表述

灼烧残渣(X_2)以质量百分数表示,按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_2}{m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: m_2 ——灼烧残渣的质量, g;

m_3 ——试样的质量, g。

5.9.5 允许差

两次平行测定结果差值不大于 0.005%, 取其算术平均值为结果。

6 检验规则

6.1 食品添加剂 DL-酒石酸应由生产厂的质量监督检验部门进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准要求,并应附有质量证明书,内容包括:生产厂名称、厂址、产品名称、生产许可证号、商标、规格、标准编号、批号、生产日期。

6.2 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的产品进行检验。

6.3 如果供需双方对产品质量发生异议时,由供需双方协商解决,或由双方议定的国家仲裁机构按本标准规定进行仲裁。

6.4 每批产品不超过 1 t。

6.5 取样方法

6.5.1 采集的样品数,按 GB/T 6678 中 6.6 条和第 10 章之规定进行。

6.5.2 取样步骤

开启包装袋,在上、中、下三处各取试样若干,每批取样应不少于 0.5 kg,将所取样品研碎,仔细混匀,取其部分分为二份,各约 50~100 g,装入密闭的容器中,并贴上标签,标明生产厂名称、产品名称、规格、批号、取样日期和取样者姓名。一份送检验部门检验,另一份保存三个月备查。

6.6 检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中取样复检,如果复验的结果仍有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

包装容器应牢固涂刷“食品添加剂”字样,并标有生产厂名称、产品名称、产品规格、商标、生产日期、保存期、批号、净重及本标准编号。

7.2 包装

本品采用食品用聚乙烯袋和双层牛皮纸袋,外套编织袋包装,每袋净重 25 kg,也可根据用户要求进行包装。

7.3 运输

运输时严防雨淋,应轻拿、轻放,防止包装破损,不能与有毒、有害物品混运。

7.4 贮存

本品应贮存于阴凉干燥的库房内,不能露天堆放,不能与有毒、有害物品混贮。

7.5 食品添加剂 DL-酒石酸的保存期为两年,两年后如抽样试验结果仍符合本标准要求时,则可继续使用。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部北京化工研究院和卫生部食品卫生监督检验所技术归口。

本标准由浙江省临安县化工二厂负责起草。

本标准主要起草人童健、周彭年、陶红杰、洪树林、蔡明珠。

本标准参照采用《日本食品添加物公定书》第五版(1986)《DL-酒石酸标准》。



GB 15358-1994

版权专有 不得翻印

*

书号:155066·1-11458

定价: 8.00 元

*

标目 262—39