

中华人民共和国国家标准

GB 15358—2008
代替 GB 15358—1994

食品添加剂 *dl*-酒石酸

Food additive—*dl*-Tartaric acid

2008-06-25 发布

2009-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前　　言

本标准第 6 章和 9.1 为强制性的,其余为推荐性的。

本标准与《日本食品添加物公定书》第七版(1999)“*dl*-酒石酸”(日文版)的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB 15358—1994《食品添加剂 *dl*-酒石酸》。

本标准与 GB 15358—1994 相比,主要变化如下:

——重金属含量、砷含量的检测方法修改为引用 GB/T 5009.74—2003 和 GB/T 5009.76—2003

(1994 版的 5.5,本版的 7.7 和 7.8);

——将所有项目均为出厂检验项目,修改为所有项目均为型式检验项目,其中酒石酸含量、易氧化物、加热减量为出厂检验项目(见 8.1)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会(SAC/TC 63/SC 2)和全国食品添加剂标准化技术委员会(SAC/TC 11)归口。

本标准起草单位:杭州临安金龙化工有限公司。

本标准参加起草单位:常茂生物化学工程股份有限公司。

本标准主要起草人:何国田、戴立言、马志高。

本标准于 1994 年 12 月首次发布。

食品添加剂 *dl*-酒石酸

1 范围

本标准规定了食品添加剂 *dl*-酒石酸的要求、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、水解而制得的食品添加剂 *dl*-酒石酸的生产、检验和销售。该产品主要用作食品的酸度调节剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

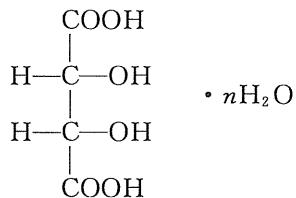
- GB/T 191—2008 包装储运图示标志(ISO 780:1997, MOD)
- GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602—2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(ISO 6353-1:1982, NEQ)
- GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(ISO 6353-1:1982, NEQ)
- GB/T 613—2007 化学试剂 比旋光本领(比旋光度)测定通用方法
- GB/T 617—2006 化学试剂 熔点范围测定通用方法
- GB/T 5009.74—2003 食品添加剂中重金属限量试验
- GB/T 5009.76—2003 食品添加剂中砷的测定
- GB/T 6284—2006 化工产品中水分测定的通用方法 干燥减量法
- GB/T 6678—2003 化工产品采样总则
- GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987, MOD)
- GB/T 9728—2007 化学试剂 硫酸盐测定通用方法(ISO 6353-1:1982, NEQ)

3 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

化学名称：2,3-二羟基丁二酸

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

结构式：



相对分子质量：结晶品 168.11；无水晶 150.09(按 2007 年国际相对原子质量)

4 分类和命名

食品添加剂 *dl*-酒石酸按含结晶水量的不同分为两型，分别命名 *dl*-酒石酸(结晶品)和 *dl*-酒石酸(无水晶)。

5 性状

结晶品为无色结晶或白色结晶粉末；无水晶为白色颗粒或粉末。

6 要求

食品添加剂 *dl*-酒石酸应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标	
	结晶品	无水品
<i>dl</i> -酒石酸(以干基计), w/%	>	99.5
熔点范围/℃		200~206
硫酸盐(以 SO ₄ 计), w/%	≤	0.04
重金属(以 Pb 计), w/%	≤	0.001
砷(以 As 计), w/%	≤	0.0002
易氧化物试验		通过试验
干燥减量, w/%	≤	11.5
灼烧残渣, w/%	≤	0.10
		0.5

7 试验方法

7.1 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。

7.2 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—1992 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—2002、GB/T 602—2002 和 GB/T 603—2002 的规定制备。

7.3 鉴别试验

7.3.1 旋光性试验

称取 1.0 g 实验室样品,精确至 0.01 g,加水 10 mL 溶解,按 GB/T 613—2007 的规定进行测定,应无旋光性。

7.3.2 酸碱性试验

称取 1.0 g 实验室样品,精确至 0.01 g,加水 10 mL 溶解,用蓝色石蕊试纸测试,应呈红色。

7.3.3 酒石酸盐的反应性试验

7.3.3.1 试剂

7.3.3.1.1 硝酸;

7.3.3.1.2 硫酸;

7.3.3.1.3 氢氧化钠溶液:40 g/L;

7.3.3.1.4 硝酸银溶液:20 g/L;

7.3.3.1.5 氨水溶液:2→5;

7.3.3.1.6 乙酸溶液:1→4;

7.3.3.1.7 硫酸亚铁溶液:80 g/L;

7.3.3.1.8 过氧化氢溶液:1→10;

7.3.3.1.9 间苯二酚溶液:20 g/L;

7.3.3.1.10 溴化钾溶液:100 g/L。

7.3.3.2 样品溶液的制备

称取 5.0 g 实验室样品, 精确至 0.01 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, 为样品溶液 A。

7.3.3.3 分析步骤

7.3.3.3.1 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。

7.3.3.3.2 加 2 滴乙酸溶液, 1 滴硫酸亚铁溶液, (2~3) 滴过氧化氢溶液及过量的氢氧化钠溶液于样品溶液 A 中, 即显红紫~紫色。

7.3.3.3.3 在预先加有 2~3 滴间苯二酚溶液及 (2~3) 滴溴化钾溶液的 5 mL 硫酸中加入 2~3 滴样品溶液 A, 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, 应显红色。

7.4 dl-酒石酸含量的测定

7.4.1 方法提要

以酚酞为指示剂, 用氢氧化钠标准溶液滴定试样(先经干燥)溶液, 根据氢氧化钠标准滴定溶液的用量, 计算以 $C_4H_6O_6$ 计的总酸含量为 dl-酒石酸含量。

7.4.2 试剂

7.4.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(NaOH) = 0.1 \text{ mol/L}$;

7.4.2.2 酚酞指示液: 10 g/L。

7.4.3 结晶品样品处理

称取约 5 g 实验室样品, 精确至 0.000 2 g, 置于质量恒定的带盖称量瓶中, 于 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 的烘箱内干燥至质量恒定, 为干燥物 B。

7.4.4 分析步骤

7.4.4.1 对于结晶品, 称取约 2 g 7.4.3 中的干燥物 B, 精确至 0.000 2 g; 对于无水晶, 称取约 2 g 7.10.2 中的干燥物 C, 精确至 0.000 2 g。用水溶解, 移至 250 mL 容量瓶中, 稀释至刻度, 移取 (25 ± 0.02) mL 于 250 mL 锥形瓶中, 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。

7.4.4.2 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。

7.4.5 结果计算

dl -酒石酸(以 $C_4H_6O_6$ 计)的质量分数 w_1 , 数值以%表示, 按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{[(V - V_0)/1000]cM}{m \times 25/250} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V —试料消耗氢氧化钠标准滴定溶液(7.4.2.1)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(7.4.2.1)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 — dl -酒石酸($\frac{1}{2}C_4H_6O_6$)的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol)($M=75.04$)。

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%。

7.5 熔点范围的测定

按 GB/T 617—2006 中 4.1 的规定进行。试样为 7.10.2 中干燥物 C, 传热液体采用硅油。

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。

7.6 硫酸盐(以 SO₄ 计)的测定

按 GB/T 9728—2007 的规定进行。试样处理为称取 0.25 g 实验室样品, 精确至 0.001 g, 放入 50 mL 比色管中, 加约 20 mL 水溶解。量取(1±0.02) mL(含硫酸盐 0.1 mg)硫酸盐(SO₄)标准溶液制备限量标准。

7.7 重金属(以 Pb 计)含量的测定

按 GB/T 5009.74—2003 的规定进行。试样处理采用“干法消解”。量取(2±0.02)mL(含铅20 μg)铅(Pb)标准溶液制备铅限量标准液。

7.8 砷(以 As 计)含量的测定

按 GB/T 5009.76—2003 中第二法砷斑法的规定进行。试样处理为称取 1.0 g 实验室样品, 精确至 0.01 g, 加 10 mL 水溶解。量取(2±0.02)mL(含砷 2.0 μg)砷(As)标准溶液制备限量标准。

7.9 易氧化物的测定

7.9.1 方法提要

在酸性条件下，样品中的易氧化物质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。

7.9.2 试剂

7.9.2.1 硫酸溶液:1→20;

7.9.2.2 高锰酸钾标准滴定溶液: $c\left(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4\right)$ 约为0.1 mol/L。

7.9.3 分析步骤

称取 1.0 g 实验室样品, 精确至 0.01 g, 加 25 mL 水及 25 mL 硫酸溶液溶解, 在保持(20±1)℃条件下, 加高锰酸钾标准滴定溶液 4.0 mL, 试验溶液的紫色在静置条件下 3 min 内不应消失。

7.10 干燥减量的测定

按 GB/T 6284—2006 的规定进行。结晶品实验室样品的称取量为 1 g, 精确至 0.000 2 g; 无水晶实验室样品的称取量为 6 g, 精确至 0.000 2 g。

结晶品的干燥物 C 留作测定熔点范围, 无水晶的干燥物 D 留作测定 *dl*-酒石酸含量和熔点范围。

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 0.05%。

7.11 灼烧残渣含量的测定

7.11.1 试剂

硫酸。

7.11.2 分析步骤

称取(2~3)g 实验室样品,精确至 0.000 1 g,置于在(500±25) °C 灼烧至质量恒定的 25 mL 瓷坩埚中,加入数滴硫酸将样品完全浸湿,用温火加热,至样品完全炭化,冷却至室温。加约 1 mL 硫酸浸湿残渣,用上述方法加热至硫酸蒸气逸尽。在(500±25) °C 灼烧 3 h。于硅胶干燥器中冷却至室温后称量,精确至 0.000 1 g。此时的残渣质量分数应在 0.10% 以下,如不然,应将残渣灼烧至质量恒定。

7.11.3 结果计算

灼烧残渣的质量分数 w_3 , 数值以%表示, 按式(2)计算:

式中：

m——试料质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——残渣质量的数值,单位为克(g)。

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0.005%。

8 检验规则

8.1 产品检验分为出厂检验和型式检验。

8.1.1 表1中的 dl -酒石酸的质量分数、易氧化物试验、干燥减量的质量分数为出厂检验项目。应逐批进行检验。

8.1.2 表1中的全部项目均为型式检验项目。在正常情况下,每个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时,也应进行型式检验:

- a) 新产品投产鉴定时;
- b) 原材料、工艺、设备有较大改变,可能影响产品性能时;
- c) 停产三个月以上,重新恢复生产时;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异;
- e) 合同规定。

8.2 食品添加剂 dl -酒石酸以每一班产品或多班次经混合均匀的产品为一批,根据生产进度或顾客期望可适当调整批量。

8.3 食品添加剂 dl -酒石酸检验批的采样单元数按GB/T 6678—2003中7.6.1确定。采样时开启包装袋,在上、中、下三处各取实验室样品若干,每批采样应不少于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、批号、采样日期和采样者姓名。一份送检验部门检验,另一份保存三个月备查。

8.4 食品添加剂 dl -酒石酸由生产厂的质量监督检验部门按本标准规定进行检验。生产厂应保证每批出厂产品均符合本标准要求。

8.5 如果检验结果中有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装单元中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准要求,则整批产品为不合格。

9 标志、包装、运输和贮存

9.1 标志

9.1.1 食品添加剂 dl -酒石酸包装容器上应有牢固明显的标志,内容包括:产品名称、生产厂厂名、厂址、商标、“食品添加剂”字样、本标准编号、卫生许可证号、生产许可证号及生产批号或生产日期、净含量以及按GB/T 191—2008中规定的“怕雨”标志。

9.1.2 每批出厂的食品添加剂 dl -酒石酸都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名称、厂址、产品名称、净含量、商标、卫生许可证号、生产许可证号、批号和生产日期、保质期和本标准编号和产品质量符合本标准的证明。

9.2 包装

食品添加剂 dl -酒石酸采用食品级聚乙烯袋,外套双层牛皮纸袋或编织袋包装。每袋净含量25 kg,也可根据用户要求的规格进行包装。

9.3 运输

食品添加剂 dl -酒石酸运输时严防雨淋,应轻拿、轻放,搬运时防止损坏包装,不得与有毒、有害、有异味及其他有污染可能的物质混装、混运。

9.4 贮存

食品添加剂 *dl*-酒石酸应贮存于阴凉干燥的专用库房内,不得与有毒、有害、有异味及其他有污染可能的物质混贮。不能露天堆放,不能与有毒、有害物品混。

9.5 保质期

在符合本标准包装、运输和贮存的条件下,自生产之日起,食品添加剂 *dl*-酒石酸的保质期为 24 个月。逾期可重新检验,检验结果符合本标准要求时产品仍可使用。

中华人民共和国

国家标准

食品添加剂 *dl*-酒石酸

GB 15358—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字

2008 年 11 月第一版 2008 年 11 月第一次印刷

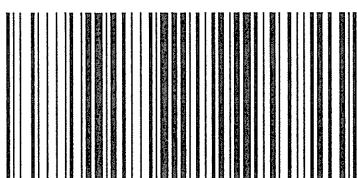
*

书号：155066·1-34170

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话：(010)68533533



GB 15358-2008