

前 言

本标准等效采用美国食品化学品法规(FCC)1983年第Ⅱ版。产品性状、描述、鉴别、含量、砷盐、重金属、铅、干燥失重、比旋度均采用FCC标准,pH值采用美国药典(USP)23版标准。本标准与国际现行标准基本一致。

本标准的具体检验方法,基本采用现行的国家标准,在没有或无法采用国家标准时,则采用美国FCC规定方法。

本标准由国家医药管理局提出。

本标准由中国医药工业公司和天津药物研究院技术归口。

本标准负责起草单位:江苏江山制药有限公司。

本标准主要起草人:季伟雯、奚传林、沈艳。

经查该产品FCC 1994年版未作修改。

中华人民共和国国家标准

食品添加剂 抗坏血酸钠

GB 16313—1996

Food additive
—Sodium ascorbate

1 范围

本标准规定了食品添加剂抗坏血酸钠的技术要求、试验方法、检验规则、包装及标志、运输和贮藏的要求。

本标准适用于以抗坏血酸和钠盐为原料制得的抗坏血酸钠,在食品工业中作为营养强化剂、抗氧化剂。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 613—88 化学试剂 比旋光度通用测定方法

GB 6284—86 化工产品中水分含量测定的通用方法 重量法

GB 8449—87 食品添加剂中铅的测定方法

GB 8450—87 食品添加剂中砷的测定方法

《中华人民共和国药典》1995年版(二部)

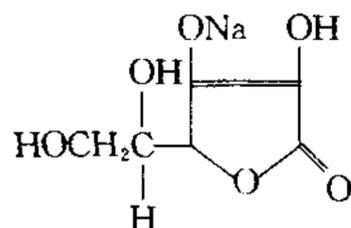
3 化学名称、分子式、结构式、分子量

化学名称:抗坏血酸钠

sodium ascorbate

分子式: $C_6H_7NaO_6$

结构式:



分子量:198.11(按1987年国际原子量计)

4 技术要求

4.1 性状

本品为白色至微黄色结晶固体,1 g本品能溶于2 mL水中。

4.2 项目与指标

国家技术监督局1996-05-21批准

1996-12-01实施

表 1

项 目	指 标
含量(以 $C_6H_7NaO_6$ 的干燥品计), %	99.0~101.0
砷(以 As 计), %	≤ 0.000 3
重金属, %	≤ 0.002
铅(Pb), %	≤ 0.001
干燥失重, %	≤ 0.25
比旋度 $[\alpha]_D^{20}$ (按干燥品计)	+103°~+108°
pH	7.0~8.0

5 试验方法

本标准中所用的试剂为分析纯试剂,水为蒸馏水或相应纯度的水,未指明的溶液为水溶液,仪器设备为一般实验室仪器设备,对每批产品都应按本标准规定的技术特性进行全检。

5.1 鉴别

5.1.1 原理

本品中的抗坏血酸部分具有二烯醇基结构,具有强的还原性,并且具有糖类的性质。

5.1.2 试剂和溶液

5.1.2.1 碱性酒石酸铜试液

1) 取硫酸铜结晶 6.93 g,加水使溶解成 100 mL。

2) 取酒石酸钾钠结晶 34.6 g 与氢氧化钠 10 g,加水使溶解成 100 mL。

用时将 1)、2) 两液等量混合,即得。

5.1.2.2 亚甲基蓝试液

0.5% (W/V) 乙醇溶液。

5.1.2.3 稀盐酸

取盐酸(GB 622)9 mL,加水稀释至 1 000 mL,即得。

5.1.2.4 乙酸氧铈锌试液

取乙酸氧铈 10 g,加冰乙酸 5 mL 与水 50 mL,微热使溶解,另取乙酸锌 30 g,加冰乙酸 3 mL 与水 30 mL,微热使溶解,将两液混合,放冷,滤过,即得。

5.1.2.5 三氯乙酸试液

取三氯乙酸 6 g,加三氯甲烷 25 mL 溶解后,加 30% 过氧化氢溶液 0.5 mL,摇匀,即得。

5.1.3 鉴别方法

5.1.3.1 1:50 的该溶液在 25℃ 下能还原碱性酒石酸铜试液,加热时更迅速。

5.1.3.2 用 0.5 mL 0.1 mol/L 的盐酸酸化 2 mL 1:50 的样品溶液,加入 4 滴亚甲基蓝试液,40℃ 下温化,深蓝色 3 min 内褪去。

5.1.3.3 用 15 mL 1:20 的三氯乙酸溶液溶解 15 mg 样品,加约 200 mg 活性炭,猛烈振摇 1 min,用小的菊型滤纸过滤,必要时,再次过滤直至澄清,往 5 mL 滤液中加一滴吡咯,缓慢搅拌至溶解,然后置 50℃ 水浴上加热,产生蓝色。

5.1.3.4 呈现钠盐的特征反应按《中华人民共和国药典》1995 年版(二部)附录 14 页。

5.2 含量测定

5.2.1 原理

样品与碘滴定溶液发生氧化还原反应,根据碘滴定液的颜色判断滴定终点。

5.2.2 试剂和溶液

5.2.2.1 碘(GB 675)。

5.2.2.2 碘标准滴定溶液:0.1 mol/L 碘标准滴定溶液

按《中华人民共和国药典》1995年版(二部)附录 187 页配制。

5.2.2.3 稀硫酸

取硫酸(GB 625)57 mL,缓缓注入适量水中,冷却至室温,加水稀释至 1 000 mL,摇匀。

5.2.2.4 淀粉指示液

按《中华人民共和国药典》1995年版(二部)附录 179 页配制。

5.2.3 测定方法

精密称取用五氧化二磷干燥 24 h 的本品约 400 mg,精确至 0.000 2 g,用 100 mL 新沸的冷蒸馏水和 25 mL 稀硫酸试液的混合液溶解,立即用 0.1 mol/L 碘液滴定,近终点时加 3 mL 淀粉指示液至溶液显蓝色,在 30 s 内不退(每 1 mL 0.1 mol/L 的碘液相当于 9.905 mg 的抗坏血酸钠)。

5.2.3.1 分析结果的表述

抗坏血酸钠含量 X 以质量百分数表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{V \cdot F \times 0.009\ 905}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: V ——样品消耗碘标准滴定溶液的体积, mL;

F ——碘标准滴定溶液的浓度换算值, $F = \frac{\text{滴定液的实测浓度(mol/L)}}{\text{滴定液的规定浓度(mol/L)}}$;

m_1 ——样品的质量, g;

0.009 905——与 1.00 mL 碘标准滴定溶液 [$c(1/2I_2) = 0.1 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的抗坏血酸钠 ($C_6H_7NaO_6$) 的质量。

5.2.4 允许差

本方法两次平行测定结果相对偏差不超过 0.3%。

5.3 砷盐的测定

5.3.1 试剂和溶液

5.3.1.1 盐酸(GB 622)。

5.3.1.2 砷标准溶液

按 GB 8450 配制。此溶液 1.0 mL 相当于 1.0 μg 砷。

5.3.2 测定方法

取样品 3 g(精确至 0.002 g),采用 GB 8450 砷斑法测定。

5.4 重金属测定

5.4.1 试剂与溶液

5.4.1.1 pH3.5 的乙酸盐缓冲液

按《中华人民共和国药典》1995年版(二部)附录 175 页配制。

5.4.1.2 硫代乙酰胺试液

按《中华人民共和国药典》1995年版(二部)附录 170 页配制。

5.4.1.3 铅标准溶液

按《中华人民共和国药典》1995年版(二部)附录 54 页配制。

5.4.2 测定方法

5.4.2.1 A 管 吸取 2.0 mL 铅标准溶液于 50 mL 纳氏比色管中,加水至 25 mL,混匀,加入 pH3.5 的乙酸盐缓冲液 2 mL,混匀,备用。

5.4.2.2 B 管 取一支与 A 管所配套的纳氏比色管,称取样品 1.0 g 于纳氏比色管中,加水至 25 mL,混匀,加入 pH3.5 的乙酸盐缓冲液 2 mL,混匀,备用。

5.4.2.3 向两管中加入 2 mL 硫代乙酰胺试液,混匀,于暗处放置 2 min 后,在白色背景下观察,自上而下,B 管的色度不得深于 A 管的色度。

采用《中华人民共和国药典》1995 年版(二部)附录 54~55 页重金属检查法第一法与第二法,检测结果完全一致,采用第一法为检验法,第二为仲裁法。

5.5 铅的测定

5.5.1 试剂和溶液

5.5.1.1 柠檬酸氢二铵(HG3—1465):50%溶液

按 GB 8449—87 配制。

5.5.1.2 氰化钾:10%溶液

5.5.1.3 二苯基硫巴脲(双硫脲)

按 GB 8449—87 配制。

5.5.1.4 铅标准溶液

精密称取 0.1598 g 高纯硝酸铅(HG 3—1309),加 10 mL 1%硝酸,溶解后定量移入 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。此溶液 1 mL 相当于 1 mg 铅,临用前用水稀释 100 倍,使成 1 mL 相当于 10 μg 铅。

5.5.1.5 1%硝酸

取 1 mL 硝酸(GB 626),加水稀释至 100 mL。

5.5.2 测定方法

称取样品 1 g 及铅的限量标准溶液 2 mL(相当于 20 μg 铅),分别置于 125 mL 分液漏斗中,各加入 1%硝酸至 20 mL。

向样品液及铅的限量标准溶液中各加入 1 mL 50%柠檬酸铵溶液、1 mL 20%盐酸羟胺溶液和 2 滴酚红指示液,用氨水(1+1)调至红色,再各加 2 mL 10%氰化钾溶液,混匀后,加入 5.0 mL 双硫脲使用液,剧烈振荡 1 min,静置分层后,进行目视比色,样品液三氯甲烷层的色度不得深于铅限量标准液三氯甲烷层的色度。

5.6 干燥失重

5.6.1 仪器

烘箱,灵敏度能控制在 ±2℃,装有温度计,温度计插入烘箱的深度应使水银球与待测试样在同一水平面上。

5.6.2 测定方法

称取样品约 3 g,置于与样品同样条件下干燥至恒重的扁形称量瓶中,精密称定,在 105℃±1℃的条件下干燥至恒重,从减失的重量和样品重量计算干燥失重。

5.6.3 结果的表述

干燥失重 X_2 (以质量百分数表示)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_2 - m_3}{m_4} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中: m_4 ——样品的质量, g;

m_2 ——称量瓶及样品在干燥前质量, g;

m_3 ——称量瓶及样品在干燥后质量, g。

5.7 比旋度

5.7.1 仪器

旋光仪。

5.7.2 方法

取样品 5 g(精确至 0.002 g)加水至 50 mL,采用 GB 613 方法测定。

5.8 pH

5.8.1 仪器

酸度计。

5.8.2 磷酸盐标准缓冲液(pH6.8)

按《中华人民共和国药典》1995年版(二部)附录 176 页配制。

5.8.3 邻苯二甲酸氢钾标准缓冲液(pH4.0)

按《中华人民共和国药典》1995年版(二部)附录 39 页配制。

5.8.4 方法

取样品 2 g(精确至 0.01 g),加水至 20 mL 使溶解。按《中华人民共和国药典》1995年版(二部)附录 38 页 pH 值测定法进行测定。

6 检验规则

6.1 本品由生产厂的质量检验部门按本标准进行检验,生产厂家保证出厂的产品均符合本标准的要求,每桶(箱)出厂的产品均应附有产品检验合格证。每批应有产品分析报告书。

6.2 产品使用单位可按照本标准规定的检验规则和试验方法,对所收到的产品进行质量检验,检验其指标是否符合本标准规定的要求。

6.3 本产品经最后混合具有均一性的成品为一批。

6.4 抽样 每一包装为一件数,每一批为总件数,总件数 $n \leq 3$ 时,每件取样; $n \leq 300$ 时,取样数为 $\sqrt{n} + 1$;总件数 $n > 300$ 时,取样数为 $\sqrt{n}/2 + 1$;每件等量取样,取样混合均匀后,用四分法缩样取化验的 8 倍量,分二份装入清洁干燥的容器中,贴上标签,一份作检验分析用,另一份密封保存为留样,以备仲裁分析用。

6.5 如果在检验中有一项指标不符合标准时,应重新自两倍量的件数中取样品进行检验,如仍有一项指标不合格,则该批产品判为不合格。

6.6 如供需双方对产品质量发生异议时,可由法定仲裁单位,按本标准的有关规定进行仲裁。

7 标志、包装、运输和贮藏

7.1 包装上应贴有牢固的标志,并标明“食品添加剂”字样、品名、标准编号、生产许可证号、注册商标、净重、批号、厂名、厂址。

7.2 产品装入符合食品和药品包装要求的铝塑包装袋内,充入氮气,热压封口,放入纸桶(箱)内,并放入产品合格证,也可根据用户需要包装,但包装应符合运输和贮藏要求。

7.3 运输时不得与有毒有害物质混放,防止重压、碰撞、暴晒、雨淋。

7.4 本品应在避光、干燥、防热及阴凉处贮藏,不得与有害物质混存。

7.5 保质期 原包装在所要求的保存条件下,保质期为一年半。