

中华人民共和国国家标准

GB ××××—××××



食品安全国家标准

食品添加剂 酒石酸铁

（征求意见稿）

202×-××-××实施

202×-××-××发布

食品安全国家标准

食品添加剂 酒石酸铁

1 范围

本标准适用于以L-酒石酸、氢氧化钠与氯化铁为原料，经络合制得的食品添加剂酒石酸铁。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

2.1 化学名称

D,L,内消旋-2,3-二羟基丁二酸合铁(Ⅲ)

2.2 分子式

Fe (OH)2C4H4O6Na

2.3 结构式

 

2.4 相对分子质量

261.93（按2018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 | 深绿色 | 取适量试样置于50 mL烧杯中，用目测法观察。 |
| 状态 | 液体 |

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 |
| 内消旋酒石酸（以干基计二钠盐），*w*/% | ≥ | 37.0 | 附录A 中 A.3 |
| D-及L-酒石酸（以干基计二钠盐），*w*/% | ≥ | 14.0 | 附录A 中 A.3 |
| 草酸盐（以干基计草酸），*w*/% | ≤ | 1.5 | 附录A 中 A.3 |
| 铁（Fe）（以干基计），*w*/% | ≥ | 8.0 | GB 5009.90 |
| 水分，*w*/% | ≥ | 65.0 | GB 5009.3 |
| 氯（Cl）（以干基计），*w*/% | ≤ | 25.0 | GB 5009.44 |
| 钠（Na）（以干基计），*w*/% | ≤ | 23.0 | GB 5009.91 |
| 砷（以As计）/（mg/kg） |  ≤ | 3.0 | GB 5009.11或GB 5009.76 |
| 铅（Pb）/（mg/kg） |  ≤ | 5.0 | GB 5009.12或GB 5009.75 |
| 汞（Hg）/（mg/kg） |  ≤ | 1.0 | GB 5009.17 |

附 录 A

检验方法

A.1 警示

本标准的检验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作时应采取适当的安全和防护措施。如溅到皮肤上，应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。在使用挥发性酸时，需在通风橱中进行。

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中规定的三级水。试验中所用标准溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及其制品，在没有注明其他要求时，均按GB/T 601、GB/T 602、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 内消旋酒石酸、D-及 L-酒石酸、草酸含量的测定

A.3.1 方法提要

酒石酸铁与过量的氢氧化物反应分解，经过滤形成的Fe(OH)3，使用有机酸色谱柱为固定相，将0.01 mol/L的硫酸作为流动相，利用液相色谱法分离组分，使用示差折光检测器检测，借助外标进行计算。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 硫酸溶液：0.01 mol/L。

A.3.2.2 一水合内消旋酒石酸：纯度> 98 %。

A.3.2.3  D-酒石酸：纯度> 99 %。

A.3.2.4 L-酒石酸：纯度> 99 %。

A.3.2.5 二水合草酸：纯度> 99 %。

A.3.2.6 氢氧化钠溶液：5 mol/L。

A.3.2.7 酒石酸铁样品：试样贮存在密闭的棕色瓶中，与氧气隔离。如果样品瓶无法装满，需充入氮气将样品覆盖。避光（紫外线）并置于冰箱低温（4 °C）保存。样品溶液在2周内保持稳定。

A.3.3 仪器与设备

A.3.3.1 高效液相色谱仪：示差折光检测器。

A.3.3.2 泵。

A.3.3.3 自动进样器：配备20 µL的样品回路。

A.3.3.4 分离柱：不锈钢管，长度300 mm，内径7.8 mm有机酸色谱柱。

A.3.3.5 柱温箱。

A.3.3.6 数据采集与集成系统。

A.3.3.7 注射器式过滤器：直径30 mm，精度0.45 μm，色号，绿色。

A.3.4 分析步骤

A.3.4.1 色谱条件

A.3.4.1.1 分离柱色谱柱：有机酸色谱柱，内径300 ×7.8 mm。

A.3.4.1.2 柱温：10 ℃。

A.3.4.1.3 流动相：硫酸（A.3.2.1）。

A.3.4.1.4 流速：0.3 mL/min。

A.3.4.1.5 进样体积：20 µL。

A.3.4.1.6 检测器：示差折光检测器。

A.3.4.2 标准溶液的配制

A.3.4.2.1 多组分标准溶液A（2份）。

向 50 mL烧瓶中加入50 mg至 60 mg的一水合内消旋酒石酸（A.3.2.2）与 20 mg至 30 mg的 D-酒石酸（A.3.2.3）或 L-酒石酸（A.3.2.4），精确到 0.01 mg。加入 50 mL硫酸（A.3.2.1）溶解。确定总质量，精确到0.1 mg。

配制第二份浓度不同的多组分标准溶液A，其中，一水合内消旋酒石酸（A.3.2.2）与D-酒石酸（A.3.2.3）或L-酒石酸（A.3.2.4）的含量应有轻微区别，使测试样品的内消旋酒石酸和D-或L-酒石酸的含量在以上两个标准溶液A之间。

A.3.4.2.2 草酸标准溶液B。

称取250 mg的二水合草酸（A.3.2.5），精确到0.1 mg，用硫酸（A.3.2.1）溶解并定容至500 mL。确定总质量，精确到1 mg。

A.3.4.3 多组分标准溶液 A 中内消旋酒石酸、D-及 L-酒石酸的浓度

按照A.3.4.6分析两个多组分标准溶液A。用移液管移取标准溶液A注入小玻璃瓶中，待分析。多组分标准溶液A中内消旋酒石酸、D-及L-酒石酸的浓度分别按照公式（A.1）、（A.2）、（A.3）、（A.4）计算。

内消旋酒石酸的质量*M*1，按公式（A.1）计算：

$M\_{1}=M\_{cq1}×[\frac{150.1×X}{168.1×100}]$........................................................（A.1）

式中：

*M*1——多组分标准溶液A中内消旋酒石酸的质量，单位为毫克（mg）；

*Mcq*1——多组分标准溶液A中一水内消旋酒石酸的质量，单位为毫克（mg）；

*X*——标准物质中内消旋酒石酸的质量百分数；

150.1——内消旋酒石酸的分子量；

168.1——一水合内消旋酒石酸的分子量；

100——换算系数。

D-及L-酒石酸的质量*M*2，按公式（A.2）计算：

$M\_{2}=M\_{cq2}+M\_{cq1}×[\frac{150.1×Y}{168.1×100}]$............................................（A.2）

式中：

*M*2——多组分标准溶液A中无水D-及L-酒石酸的质量，单位为毫克（mg）；

*Mcq*1——多组分标准溶液A中一水内消旋酒石酸的质量，单位为毫克（mg）；

*Mcq*2——多组分标准溶液A中无水D-或L-酒石酸的质量，单位为毫克（mg）；

*Y*——标准物质中无水D-及L-酒石酸的质量百分数；

150.1——内消旋酒石酸的分子量；

168.1——一水合内消旋酒石酸的分子量；

100——换算系数。

多组分标准溶液A中，内消旋酒石酸的浓度*x*1、D-及L-酒石酸的浓度*x*2, 按公式（A.3）、（A.4）计算：

$x\_{1}=\frac{M\_{1}}{M\_{t}}$....................................................................................（A.3）

$x\_{2}=\frac{M\_{2}}{M\_{t}}$....................................................................................（A.4）

式中：

*Mt*——多组分标准溶液A的质量，单位为毫克（mg）；

*M*1——多组分标准溶液A中，内消旋酒石酸的质量，单位为毫克（mg）；

*M*2——多组分标准溶液A中，D-及L-酒石酸的质量，单位为毫克（mg）。

A.3.4.4 草酸标准溶液B中草酸的浓度

按照表A.2制备校准溶液(I-VII)：用移液枪分别移取以下体积的草酸标准溶液B至7个50 mL的烧瓶中，待分析。

表A.1校准溶液

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 溶液(mL) | I | II | III | IV | V | VI | VII |
| 草酸标准溶液B(A.3.4.2.2) | 0 | 0.2 | 1.0 | 2.5 | 5.0 | 7.5 | 10.0 |

加入50 mL的硫酸（A.3.2.1）确定总质量，将结果精确到0.1 mg。用表A.1中7个标准溶液来绘制曲线计算方程（A.3.5.1.2）。

草酸标准溶液B中草酸的质量*M*3和浓度*x*3，按公式（A.5）、(A.6)计算：

$M\_{3}=M\_{cq3}×[\frac{90.0}{126.1}]$...............................................................（A.5）

式中：

*M*3——草酸标准溶液B中草酸的含量，单位为毫克（mg）；

*Mcq*3——草酸标准溶液B中二水合草酸的含量，单位为毫克（mg）；

90.0——草酸的分子量；

126.1——二水合草酸的分子量。

$x\_{3}=\frac{M\_{3}}{M\_{o}}×\frac{M\_{cq4}}{M\_{aq}}$..........................................................................（A.6）

式中：

*Mo*——草酸标准溶液B的质量，单位为克（g）；

*M*3——草酸标准溶液B中草酸的质量，单位为毫克（mg）；

*Mcq*4——表A.1中移取的草酸标准溶液B的质量，单位为克（g）；

*Maq*——表A.1中配制好的草酸标准溶液B的质量，单位为毫克（mg）。

A.3.4.5 测试样品

称取500 mg样品，置于50 mL烧瓶中，使用25 mL水稀释，加入1 mL NaOH溶液（A.3.2.6），静置至少1 h使得Fe(OH)3充分沉淀，确定总质量，精确到0.1 mg。测试样品溶液经注射器式过滤器过滤后，注入小玻璃瓶中，待分析。

A.3.4.6 测定

分别注射20 µL的多组分标准溶液 A（A.3.4.2.1），草酸标准溶液 B（A.3.4.4），和过滤后的测试样品溶液（A.3.4.5）到液相色谱仪中，使用示差折光检测器记录液相色谱法的结果，并确定各组分的峰值面积（=*A*）。

A.3.5 结果计算

A.3.5.1 标准曲线绘制

A.3.5.1.1 标准曲线的测量范围见表A.2。

表A.2标准曲线的测量范围

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 组分 | 标样浓度范围 | 样品浓溶液测量范围 |
| 内消旋-酒石酸 | 45 mg~55 mg | 9 %~11 % |
| D-及L-酒石酸 | 20 mg~30 mg | 4 %~6 % |
| 草酸 | 0.05 mg~2.5 mg | 0.01 %~0.5 % |

按照A.3.4.6，测试两份多组分标准溶液A（A.3.4.2.1），对相应峰面积进行积分。以组分*q*的浓度为横坐标，组分*q*的峰面积为纵坐标绘制标准曲线并计算回归方程式（A.7）。

A.3.5.1.2 组分*q*(内消旋酒石酸、D-及L-酒石酸和草酸)校准函数

组分q标准曲线的截距*aq*和斜率*bq*，按照校准函数（A.7）计算：

$y=a\_{q}+b\_{q}x$..........................................................................（A.7）

式中：

*aq*——组分*q*标准曲线的截距；

*bq*——组分*q*标准曲线的斜率；

*y*——标准样中组分*q*的峰面积（*Ac*）；

*x*——标准样中组分*q*的浓度，单位为毫克每克（mg/g），按公式（A.3）、（A.4）、（A.6）计算。

A.3.5.2 测试样品中各组分*q*的浓度

测试样品中各组分浓度*c*(*q*)，按公式（A.8）计算：

$c(q)=\frac{(A\_{sq−}a\_{q})×M}{M\_{s}×b\_{q}}×100\%$......................................................（A.8）

式中：

*aq*——组分*q*标准曲线的截距；

*bq*——组分*q*标准曲线的斜率；

*Asq*——测试样品溶液中组分*q*的峰面积；

*Ms*——测试部分的质量，单位为毫克（mg）；

*M*——50 mL烧瓶（A.3.4.5）中组分的质量，单位为克（g）。

A.3.6 精密度

试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不大于0.2 %。