

ICS 67.220.20
X 42



ZZB

浙江 制造 团体 标准

T/ZZB 0621—2018

食品添加剂 L(+)-酒石酸

Food additive L(+)-tartaric acid

ZHEJIANG MADE

2018 - 10 - 19 发布

2018 - 11 - 01 实施

浙江省品牌建设联合会 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量	1
4 基本要求	2
5 技术要求及试验方法	2
6 检验规则	3
7 标志、包装、运输和贮存	4
8 质量承诺	4
附录 A（规范性附录） 检验方法	5

ZHEJIANG MADE

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009 给出的规则进行起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利，本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由浙江省浙江品牌建设联合会提出并归口。

本标准由浙江蓝箭万帮标准技术有限公司牵头组织制定。

本标准主要起草单位：杭州宝晶生物股份有限公司。

本标准参与起草单位：宁海县有机化工厂、浙江金伯士药业有限公司（排名不分先后）。

本标准主要起草人：庞一飞、孙伟荣、谢志鹏、张建国、戴宁宁、蒋忠良、虞小平、潘海峰、朱华丽、周永珍、龚晓强、孙杭炬、宋苗根。

本标准由浙江蓝箭万帮标准技术有限公司负责解释。

ZHEJIANG MADE

食品添加剂 L(+)-酒石酸

1 范围

本标准规定了食品添加剂L(+)-酒石酸的基本要求、技术要求及试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存、质量承诺等。

本标准适用于以顺丁烯二酸酐和过氧化氢为原料经氧化、酶法水解而制得的食品添加剂L(+)-酒石酸。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 191 包装储运图示标志
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 613 化学试剂 比旋光本领（比旋光度）测定通用方法
- GB/T 1616—2014 工业过氧化氢
- GB/T 3676—2008 工业用顺丁烯二酸酐
- GB 5009.12 食品安全国家标准 食品中铅的测定
- GB 5009.75 食品安全国家标准 食品添加剂中铅的测定
- GB 5009.76 食品安全国家标准 食品添加剂中砷的测定
- GB 5009.91 食品安全国家标准 食品中钾、钠的测定
- GB/T 6284 化工产品中水分测定的通用方法 干燥减量法
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 9741 化学试剂 灼烧残渣测定通用方法
- GB 25545 食品安全国家标准 食品添加剂 L(+)-酒石酸
- GB 29924 食品安全国家标准 食品添加剂标识通则
- GB 31647 食品安全国家标准 食品添加剂生产通用卫生规范
- JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则
- 国家质量监督检验检疫总局令 第75号(2005) 《定量包装商品计量监督管理办法》

3 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

3.1 化学名称

L-2,3-二羟基丁二酸。

3.2 分子式

$C_4H_6O_6$ 。

3.3 结构式

结构式见图1：

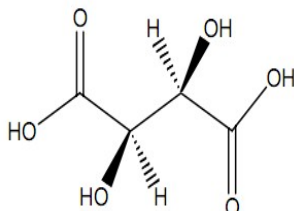


图1 结构式

3.4 相对分子质量

150.09 (按2016年国际相对原子质量)。

4 基本要求

4.1 原材料

4.1.1 顺丁烯二酸酐应符合 GB/T 3676—2008 优等品的规定。

4.1.2 过氧化氢应符合 GB/T 1616—2014 的要求。

4.2 工艺及设备

4.2.1 合成工序应于防爆车间内进行，同时可采用自动控制系统和在线监测手段远程控制生产过程。

4.2.2 生产过程使用的设备应无毒、耐腐蚀，与物料直接接触的设备采用或高于 316L 型不锈钢等级的材质。

4.2.3 蒸发和精制工序应采用如多效蒸发器、全自动离心机、流化床干燥系统等设备。

4.2.4 包装过程从填料、封包、输送、打托，应采用机械自动化作业，货物进出全自动立体化仓库应由智能系统控制。

4.3 车间卫生

车间的环境卫生要求应符合 GB 31647 的规定，包装区域空气洁净度应达到十万级及以上洁净区的规定。

4.4 检测能力

应具备 L(+)-酒石酸生产原材料、L(+)-酒石酸成品各项指标的相应检测能力，配备原子吸收分光光度计、自动旋光仪等仪器设备。

5 技术要求及试验方法

5.1 感官

感官要求应符合表1的规定，并按照表1的方法进行试验。

表1 感官要求及试验方法

项目	要求	试验方法
色泽和组织状态	无色半透明晶体或白色粉末	取适量实验室样品，置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，目视观察，嗅其气味。
气味	有酸味	

5.2 理化

理化指标应符合表2的规定，并按照表2的方法进行试验。

表2 理化指标及试验方法

项目	指标	试验方法
溶解度	通过试验	附录 A 中 A.3
澄清度	≤ I	附录 A 中 A.4
溶液色泽度	≤ Y ₆	附录 A 中 A.5
L(+)-酒石酸(以 C ₄ H ₆ O ₆ 计，以干基计)，ω/%	99.7~100.5	附录 A 中 A.6
比旋光度 α _D (25℃, D)，(°)·dm ² ·kg ⁻¹	+12.0~+13.0	附录 A 中 A.7
氯化物(以 Cl 计)，%	≤ 0.005	附录 A 中 A.8
草酸盐(以 C ₂ O ₄ 计)，%	≤ 0.005	附录 A 中 A.9
硫酸盐(以 SO ₄ 计)，%	≤ 0.005	附录 A 中 A.10
钙(Ca)，%	≤ 0.005	附录 A 中 A.11
砷(以 As 计)，mg/kg	≤ 2	附录 A 中 A.12
铅(Pb)，mg/kg	≤ 1	附录 A 中 A.13
干燥减量，ω/%	≤ 0.2	附录 A 中 A.14
灼烧残渣，ω/%	≤ 0.05	附录 A 中 A.15
钾(K)，mg/kg	≤ 5	附录 A 中 A.16
钠(Na)，mg/kg	≤ 15	

6 检验规则

6.1 出厂检验

出厂检验项目为色泽和组织状态、气味、含量、比旋光度、砷、铅、灼烧残渣、干燥减量、草酸盐和硫酸盐。

6.2 型式试验

型式试验项目为表1和表2中的全部项目。在正常情况下，每年至少进行一次型式试验，有下列情况之一时，也应进行型式试验：

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

e) 合同规定。

6.3 组批

应经过检验和认定合格后以包装混合釜混合均匀的产品为一批成品，最大不超过20t，组批要保证其均匀性。

6.4 采样

按 GB/T 6678 确定采样单元数，按 GB/T 6679进行采样。将样品混匀按四分法缩分至不少于 200g，分装于2个清洁干燥的密封样品袋中，贴好标签，标签上注明产品名称、批号、生产日期等，一袋供检验用，另一袋作为留样保存备查。

6.5 判定规则与复检

检验结果按GB/T 8170中修约值比较法进行，全部检验项目合格则判定该批产品合格，检验结果如果有一项指标不符合本标准要求时应重新自原抽样批次的包装单元中加倍量采样进行复检，检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。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

产品标签应符合GB 29924的规定，包装储运图示按 GB/T 191规定执行。

7.2 包装

用内衬食品级聚乙烯塑料袋的纸袋或编织袋包装。净含量符合国家质量监督检验检疫总局令第75号(2005)《定量包装商品计量监督管理办法》。

7.3 运输和贮存

应贮存于阴凉、防尘、干燥的专用库房内。运输过程中应避免日晒、雨淋，运输工具应清洁，防止包装袋破损，在贮运中不得与有毒、有害、有腐蚀性物质及其它污染物混贮、混运。

8 质量承诺

8.1 产品应具有可追溯性。

8.2 在规定包装、贮存条件下，产品保质期为 24 个月。

8.3 顾客提出咨询或投诉时，应在 24 h 内响应，及时为用户提供服务和解决方案。

附 录 A
(规范性附录)
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

A. 2.1 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—2008中规定的三级水。

A. 2.2 试验方法中所用标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按GB/T 601和 GB/T 603之规定制备。

A. 3 溶解度

称取5 g试样，精确至0.0001 g，在比色管中用4 mL 20 °C的水振荡溶解，样品应完全溶解于水，溶液应澄清无浑浊。

A. 4 澄清度

A. 4.1 试剂和材料

A. 4.1.1 硫酸脲溶液(10 g/L)：称取于105 °C干燥至恒重的硫酸脲1.0 g，置100 mL容量瓶中，加水适量使溶解，必要时可在40 °C的水浴中温热溶解，并用水稀释至刻度，摇匀，放置4~6 h。

A. 4.1.2 六次甲基四胺溶液(10%)：在100 mL的磨口玻璃瓶中，将2.5 g六次甲基四胺溶解于25.0 mL水中。

A. 4.2 待测样液的配制

称取5.0 g试样并用水溶解，定容至50 mL。

A. 4.3 乳白色原液的配制

在100 mL硫酸脲溶液(10 g/L)中加入25.0 mL六次甲基四胺溶液(10%)混和均匀放置试剂瓶中，24 h后使用，如果该原液储存于内壁无损的玻璃容器中，其稳定期为2个月，使用前必须充分摇匀，该悬浊液不得粘附于玻璃容器壁上。

A. 4.4 乳白色标准溶液的配制

吸取乳白色原液15.0 mL，置1000 mL容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，该标准溶液应现配现用，在24 h内使用完毕。

A. 4.5 参比乳浊液配制

按表A.1规定制备。

表A.1 参比乳浊液配方

	I	II	III	IV
乳白色标准液(mL)	5.0	10.0	30.0	50.0
水(mL)	95.0	90.0	70.0	50.0

A.4.6 分析步骤

将A.4.2配制的待测样液和新鲜配置的参比乳浊液分别装入内径15~25mm平底比色管中,使液层达到约40mm的相同高度,在参比乳浊液配置5min后,在黑色背景下纵向观察比浊,其透明度与水相同或浅于参比乳浊液I,则认为样液是澄清的。

A.5 溶液色泽度

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 盐酸。

A.5.1.2 碘化钾。

A.5.1.3 稀硫酸溶液: 1 mol/L。

A.5.1.4 硫代硫酸钠滴定液: 0.1 mol/L。

A.5.1.5 淀粉溶液: 10 g/L。

A.5.1.6 黄色原液: 称取三氯化铁 46 g溶于约900 mL盐酸溶液(25 mL盐酸与975 mL水混合制成)中,并用上述盐酸溶液稀释至1000.0 mL; 滴定: 吸取10.0 mL新配制的三氯化铁溶液,置于250 mL碘量瓶中,加入15 mL水、4 g碘化钾、5 mL盐酸,立即塞上瓶盖避光静置15 min,再加入100 mL水,用硫代硫酸钠滴定液(0.1 mol/L)滴定,临近终点时加淀粉溶液(指示剂) 0.5 mL,每毫升硫代硫酸钠滴定液(0.1 mol/L)相当于 27.03 mg $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$,根据上述滴定结果,用盐酸溶液(25 mL盐酸与 975 mL水混合制成)将溶液稀释制成每毫升中含45.0 mg $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$,溶液应避光保存,现用现滴定。

A.5.1.7 红色原液: 称取60 g二氯化钴溶于约900 mL盐酸溶液(25 mL盐酸与975 mL水混合制成)中,并用上述盐酸溶液稀释至1000.0 mL; 滴定: 吸取5.0 mL新配制的二氯化钴溶液,加入5 mL过氧化氢溶液和10 mL氢氧化钠溶液(300 g/L),缓缓煮沸10 min,冷却,再加2 g碘化钾、60 mL稀硫酸溶液,立即塞上瓶盖,轻轻摇动,使沉淀溶解,用硫代硫酸钠滴定液(0.1 mol/L)滴定,临近终点时加淀粉溶液(指示剂)0.5 mL,滴定至溶液显粉红色,每毫升硫代硫酸钠滴定液(0.1 mol/L)相当于23.79 mg的 $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$,根据上述滴定结果,用盐酸溶液(25 mL盐酸与975 mL水混合制成)将溶液稀释制成每毫升中含59.5 mg的 $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 。

A.5.1.8 标准溶液Y的配制: 由24.0 mL黄色原液、6.0 mL红色原液与70.0 mL盐酸溶液(10 g/L)配成。

A.5.1.9 标准溶液Y6的配制: 用5.0 mL标准溶液Y和95.0 mL盐酸溶液(10 g/L)配成。

A.5.2 分析步骤

用完全相同的外径为12mm的平底比色管中分别加入2.0 mL的A.4.2待测样液和2.0 mL标准溶液Y6,以白色为背景,水平方向观察比浊。若样液颜色浅于标准溶液Y6则认为是小于Y6。

A.6 L(+)-酒石酸的测定

A. 6.1 鉴别试验

称取约10 mg实验室样品，加入到15 mL吡啶和5 mL乙酸酐的混合溶液中，溶液应呈绿色。

A. 6.2 方法提要

以酚酞为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定干燥试样的水溶液，根据氢氧化钠标准滴定溶液的用量，计算以C₄H₆O₆计的总酸含量为L(+)-酒石酸含量。

A. 6.3 试剂和材料

A. 6.3.1 氢氧化钠标准滴定溶液：c(NaOH)=1 mol/L。

A. 6.3.2 酚酞指示液：10 g/L。

A. 6.4 分析步骤

A. 6.4.1 称取2.0 g干燥后的试样，精确至0.0002 g，加40 mL无二氧化碳的水溶解，加2滴酚酞指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色，保持30 s不褪色为终点。

A. 6.4.2 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。

A. 6.5 结果计算

A. 6.5.1 L(+)-酒石酸(以C₄H₆O₆计，以干基计)的质量分数ω_F，数值以%表示，按式(A.1)计算：

$$\omega_F = \frac{[(V-V_0)/1000]cM}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

V —— 试料消耗氢氧化钠标准滴定溶液(A.6.3.1)体积的数值，单位为毫升(mL)；

V₀ —— 空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液(A.6.3.1)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 —— 酒石酸(1/2 C₄H₆O₆)的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)(M=75.04)。

A. 6.5.2 取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

A. 7 比旋光度的测定

A. 7.1 称取10 g实验室样品，精确至0.001 g，加水溶解并转移至50 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，用最小刻度为0.01°的自动旋光仪测定。

A. 7.2 测定温度为25℃±0.5℃，其他按GB/T 613的规定进行。

A. 8 氯化物

A. 8.1 试剂和材料

A. 8.1.1 硝酸溶液(2 mol/L)：取20 g硝酸用水稀释至100 mL定容。

A. 8.1.2 硝酸银溶液(0.1 mol/L)：取1.7g硝酸银溶解于水，并稀释至100 mL定容。

A. 8. 1. 3 氯化物标准溶液(5 mg/L): 称取0. 824 g(准确至0. 0002 g)于500 °C~600 °C烘至恒重的氯化钠, 溶于水后移入1000 mL容量瓶中, 稀释至刻度, 制得溶液。然后吸取1 mL上述溶液移入100 mL容量瓶中, 稀释至刻度, 现配现用。

A. 8. 2 分析步骤

A. 8. 2. 1 标准管的制备: 吸取5. 0 mL氯化物标准溶液加水稀释至15 mL, 加入1 mL硝酸溶液后, 将溶液倒入盛有加入1 mL硝酸银溶液的纳氏比色管中, 避光静置5 min。

A. 8. 2. 2 吸取5. 0 mL的A. 4. 2待测样液, 加水稀释至15 mL, 与标准管作同样处理, 在黑色背景下与标准管同时进行横向目视比浊, 其浑浊度不得超过A. 8. 2. 1制备的标准管。

A. 9 草酸盐

A. 9. 1 试剂和材料

A. 9. 1. 1 盐酸

A. 9. 1. 1. 1 盐酸苯胍溶液(10 g/L): 称取 1 g盐酸苯胍溶解于水并定容至100 mL。

A. 9. 1. 1. 2 铁氰化钾溶液(50 g/L): 称取 5 g铁氰化钾溶解于水并定容至100 mL。

A. 9. 1. 1. 3 草酸溶液(以 $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$ 计, 0. 1 g/L): 称取 0. 1 g草酸溶解于水并定容至1000 mL。

A. 9. 2 分析步骤

A. 9. 2. 1 称取试样0. 8 g, 准确至0. 01 g, 溶于4 mL水中, 加入3 mL盐酸和1 g锌粒, 煮沸1 min, 放置2 min, 移入盛有0. 25 mL盐酸苯胍溶液的试管中, 加热至沸, 迅速冷却, 倒入具塞比色管内, 加入等体积的盐酸和0. 25 mL铁氰化钾溶液, 摇匀, 放置30 min, 与按下述方法制备的标准管进行目视比色样品管产生的粉红色不得深于标准管。

A. 9. 2. 2 标准管的制备: 吸取0. 57 mL草酸溶液与上述试样管同时作同样处理。

A. 10 硫酸盐

A. 10. 1 试剂和材料

A. 10. 1. 1 氯化钡溶液(250 g/L): 称取250 g氯化钡用水溶解并定容至1000 mL。

A. 10. 1. 2 醋酸溶液(30%): 称取30 g醋酸用水稀释并定容至100 mL。

A. 10. 2 硫酸盐标准溶液配制

硫酸盐标准溶液(0. 001% SO_4): 称取硫酸钾0. 181 g, 置1000 mL容量瓶中, 加水适量使溶解并稀释至刻度, 摇匀。

A. 10. 3 分析步骤

A. 10. 3. 1 将3 mL氯化钡溶液加入4. 5 mL硫酸盐标准溶液中, 摇匀并静置1 min, 得溶液A。

A. 10. 3. 2 标准管则取硫酸标准溶液3 mL用水稀释至15 mL后加0. 5 mL醋酸溶液, 加入盛有2. 5 mL溶液A的比色管中, 静置5 min, 制标准管的同时, 取A. 4. 2待测样液10 mL, 用水稀释至15 mL后与标准管作同样处理, 待测液管所产生的乳白色不得深于标准管。

A.11 钙

A.11.1 试剂和材料

A.11.1.1 醋酸钠溶液(50 g/L): 称取5 g醋酸钠溶解于水并定容至100 mL。

A.11.1.2 草酸铵溶液(40 g/L): 称取4 g草酸铵溶解于水并定容至100 mL。

A.11.1.3 醋酸溶液(5 mol/L): 称取30 g醋酸用水稀释并定容至100 mL。

A.11.1.4 醋酸溶液(2 mol/L): 称取12 g醋酸用水稀释并定容至100 mL。

A.11.1.5 碳酸钙。

A.11.1.6 钙贮备溶液: 称取2.50 g干燥的碳酸钙, 置于1000 mL容量瓶中, 加5 mol/L醋酸溶液12 mL, 加水适量使溶解并稀释至刻度, 摇匀。

A.11.1.7 钙标准溶液(10 mg/L): 临用前, 量取钙贮备溶液1.0 mL, 置于100 mL容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀。

A.11.1.8 乙醇制钙标准溶液(100 mg/L): 临用前, 量取钙贮备溶液10.0 mL, 置于100 mL容量瓶中, 加乙醇稀释至刻度, 摇匀。

A.11.1.9 供试液: 取5 mL的A.4.2待测样液加入10 mL醋酸钠溶液。

A.11.2 分析步骤

A.11.2.1 吸取0.2 mL乙醇制钙标准溶液(100 mg/L)和1 mL草酸铵溶液于具塞比色管中, 1 min后加入1 mL醋酸溶液(2 mol/L)和15 mL供试液, 摇匀, 放置15 min后与按下述方法制备的标准管目视比浊, 其乳白色不得深于标准管。

A.11.2.2 标准管制备: 吸取1 mL草酸铵溶液和2.5 mL钙标准溶液(10 mg/L), 加入1 mL醋酸溶液(2 mol/L)和12.5 mL水摇匀, 15 min后进行比浊。

A.12 砷的测定

按 GB 5009.76规定的方法测定。

A.13 铅的测定

按 GB 5009.12规定的方法测定。

A.14 干燥减量

A.14.1 称取约2 g实验室样品, 精确至0.0002 g, 其他按GB/T 6284进行。

A.14.2 取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果, 两次平行测定结果的绝对差值不大于0.05%。

A.15 灼烧残渣

A.15.1 称取约4 g实验室样品, 精确至0.0002 g, 灼烧温度为(800±25) °C, 其他按GB/T 9741进行。

A.15.2 取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果, 两次平行测定结果的绝对差值不大于0.01%。

A.16 钾、钠的测定

T/ZZB 0621—2018

按GB 5009.91规定的方法测定。

ZHEJIANG MADE