

中华人民共和国国家标准

GB 25546—2010

食品安全国家标准
食品添加剂 富马酸

2010-12-21 发布

2011-02-21 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

本标准的附录 A、附录 B 和附录 C 为规范性附录。

食品安全国家标准

食品添加剂 富马酸

1 范围

本标准适用于以顺丁烯二酸为原料经异构化、结晶、干燥而制得食品添加剂富马酸。

2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

3 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

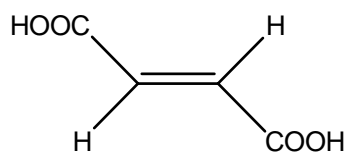
3.1 化学名称

反丁烯二酸

3.2 分子式

$C_4H_4O_4$

3.3 结构式



3.4 相对分子质量

116.07 (按 2007 年国际相对原子质量)

4 技术要求

4.1 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	白色	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	酸味	
组织状态	结晶粉末或结晶颗粒	

4.2 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
富马酸 (以 $C_4H_4O_4$ 计, 以干基计), $w/\%$	99.5~100.5	附录 A 中 A.4
砷 (As) $/(mg/kg)$ \leq	2	附录 A 中 A.5
铅 (Pb) $/(mg/kg)$ \leq	2	附录 A 中 A.6
灼烧残渣, $w/\%$ \leq	0.1	附录 A 中 A.7
马来酸, $w/\%$ \leq	0.10	附录 A 中 A.8
水分, $w/\%$ \leq	0.5	附录 A 中 A.9

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防护措施。

A.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—2008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、GB/T 602 和 GB/T 603 之规定制备。

A.3 鉴别试验

称取约 1mg 实验室样品及 100mg 氯化钾,研成均匀粉末,放入成形器中,压成薄片后用红外光谱仪测定其吸收光谱,其谱图与附录 B 中图 B.1 给出的富马酸红外标准谱图一致。

A.4 富马酸的测定

A.4.1 方法提要

以酚酞为指示剂,用氢氧化钠标准溶液滴定样品水溶液,根据氢氧化钠标准滴定溶液的用量,计算以 $C_4H_4O_4$ 干基计的总酸含量为富马酸含量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(NaOH)=0.5mol/L$ 。

A.4.2.2 酚酞指示液: 10g/L。

A.4.3 分析步骤

A.4.3.1 称取 1.0g 实验室样品,精确至 0.000 2g,放入 250mL 锥形瓶中,加 100mL 水,加热溶解,冷却后加 3 滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准溶液滴定至微红色,保持 30s 不褪色为终点。

A.4.3.2 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.4.4 结果计算

富马酸(以 $C_4H_4O_4$ 计,以干基计)的质量分数 w_1 ,数值以%表示,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{[(V - V_0)/1000]cM}{(1 - w_3)m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

V ——试料消耗氢氧化钠标准滴定溶液(A.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(A.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);

w_3 ——A.9测得的水分, (%);

M ——富马酸 ($1/2 C_4H_4O_4$) 的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=58.04$)。

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.5 砷的测定

A.5.1 称取1.0g实验室样品,精确至0.01g,试样处理按GB/T 5009.76湿法消解进行。使用吸收液B,进行限量试验。

A.5.2 限量标准液的配制:用移液管移取(2 ± 0.02)mL砷(As)标准溶液(相当于 $2.0 \mu g$ As),与试样同时同样处理。

A.5.3 其他按GB/T5009.76中的二乙氨基二硫代甲酸银比色法进行。

A.6 铅的测定

A.6.1 比色法(仲裁法)

按GB/T5009.75进行。试样处理按干法消解法进行。临用前,将1mg/mL的铅(Pb)标准溶液稀释成 $5 \mu g/mL$ 的铅(Pb)标准溶液。测定时量取(25 ± 0.02)mL试样溶液(相当于2.5g实验室样品)及(1 ± 0.02)mL铅(Pb)标准溶液(相当于 $5 \mu g$ Pb),分别置于125mL分液漏斗中,铅标准溶液中加入1%硝酸溶液至25mL。

A.6.2 原子吸收光谱法

试样处理按GB/T 5009.75干法消解进行。其他按GB 5009.12进行。

A.7 灼烧残渣的测定

称取约2g实验室样品,精确至0.0001g,灼烧温度为(800 ± 25) $^{\circ}C$ 。其他按GB/T 9741进行。

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.8 马来酸的测定

A.8.1 方法提要

用高效液相色谱法,在选定的工作条件下,通过色谱柱使样品溶液中各组分分离,用紫外吸收检测器检测,用外标法定量,计算样品中马来酸的含量。

A.8.2 试剂和材料

A.8.2.1 马来酸:质量分数 $\geq 99.0\%$ 。

A.8.2.2 氢氧化钠溶液:20g/L。

A.8.2.3 磷酸溶液:量取磷酸(优级纯试剂)(1 ± 0.02)mL于1000mL容量瓶中,加入100mL甲醇(HPLC级试剂)(可根据柱效调整加入量),加水稀释至刻度,再经 $0.45 \mu m$ 滤膜过滤。

A.8.3 仪器和设备

A.8.3.1 高效液相色谱系统(HPLC)

A.8.3.1.1 高压泵:无脉冲,能将流速保持在 $0.1 mL/min \sim 10.0 mL/min$ 。

A.8.3.1.2 定量环: $5 \mu L$ 。

A.8.3.1.3 紫外光检测器:可变波长。

A.8.3.1.4 数据处理系统：色谱工作站或数据处理机。

A.8.3.2 抽滤系统

抽滤系统使用孔径为 0.45 μ m 的纤维素酯膜滤纸（用于流动相的预处理）。

A.8.3.3 过滤系统

过滤系统使用孔径为 0.45 μ m 的纤维素酯膜滤纸（用于样品的预处理）。

A.8.3.4 进样器

自动进样器或微量进样器，50 μ L 或 100 μ L。

A.8.4 色谱分析条件

推荐的色谱柱及典型操作条件见表 A.1，马来酸含量测定典型高效液相色谱图见附录 C 中图 C.1，各组分的相对保留时间见附录 C 中表 C.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件均可使用。

表 A.1 色谱柱和典型色谱操作条件

色谱柱	柱长 250mm，柱内径 4.6mm，以硅胶为基质，表面键合 C ₈ 官能团的非极性填料色谱柱
柱温	15~60℃，控制精度 \pm 1℃
流动相	磷酸溶液
流动速度/(mL/min)	1.0
检测器检测波长/nm	214
进样量/ μ L	5

A.8.5 分析步骤

A.8.5.1 马来酸标准样品溶液的制备

称取 50mg 马来酸，精确至 0.000 2g，溶于适量水（必要时加入少量氢氧化钠溶液），转移至 250mL 容量瓶，用磷酸溶液稀释至刻度。

移取上述溶液（ 1 ± 0.02 ）mL，置于 100mL 容量瓶，用磷酸溶液稀释至刻度，摇匀，经 0.45 μ m 滤膜过滤，再经超声波脱气处理。

A.8.5.2 样品溶液的制备

称取 0.1 g 实验室样品，精确至 0.000 2g，置于 50mL 容量瓶，以流动相稀释至刻度，摇匀，经 0.45 μ m 滤膜过滤，再经超声波脱气处理。

A.8.5.3 测定

按高效液相色谱操作规程开机预热，调节温度及流量，达到分析条件并基线平稳后，用微量进样器取标准样品溶液 5 μ L，进样（或自动进样），记录所得的马来酸的峰面积 A₂。用微量进样器取样品溶液 5 μ L，进样（或自动进样），记录所得的待测物质的峰面积 A₁。

A.8.6 结果计算

马来酸的质量分数 w₂，数值以%表示，按式(A.2)计算：

$$w_2 = \frac{A_1 \times m_2}{A_2 \times m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

A₁—— 样品液中待测物质的峰面积；

A₂—— 标准样品溶液中马来酸的峰面积；

m_2 ——标准样品溶液中马来酸的进样量，单位为微克(μg)；

m ——样品的进样量，单位为微克(μg)。

A.9 水分的测定

A.9.1 干燥减量法

称取约 5g 实验室样品，精确至 0.000 2g。其他按 GB/T 6284 进行。

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.9.2 卡尔·费休法（仲裁法）

称取 (0.5~1.0) g 实验室样品，精确至 0.000 2g。其他按 GB/T 6283 进行。

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%。

附录 B

(规范性附录)

富马酸红外标准谱图

图 B.1 给出了富马酸红外标准谱图。

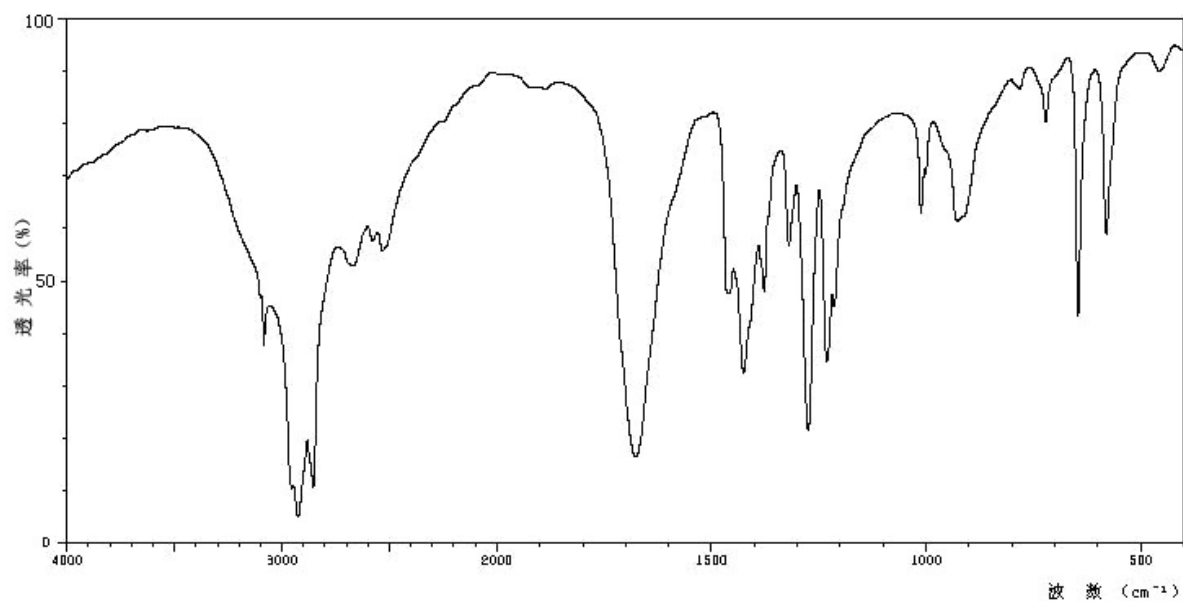


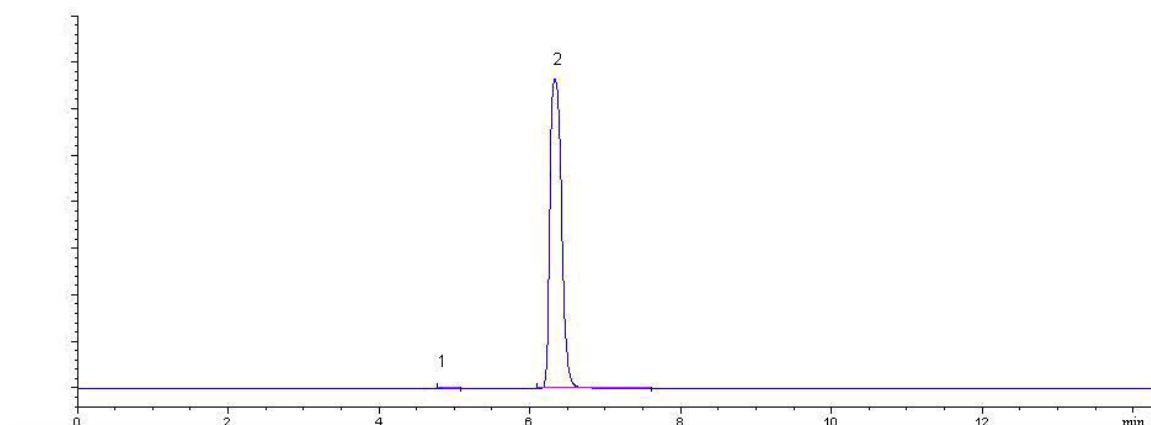
图 B.1 富马酸红外标准谱图

附录 C

(规范性附录)

马来酸测定典型高效液相色谱图和各组分的相对保留时间

图 C.1 给出了马来酸测定典型高效液相色谱图。



1 —— 马来酸

2 —— 富马酸

图 C.1 马来酸测定典型高效液相色谱图

表 C.1 给出了各组分的相对保留时间。

表 C.1 各组分的相对保留时间

峰序	组分名称	相对保留时间
1	马来酸	0.77
2	富马酸	1