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）

××××-××-××发布　　××××-××-××实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国家市场监督管理总局　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

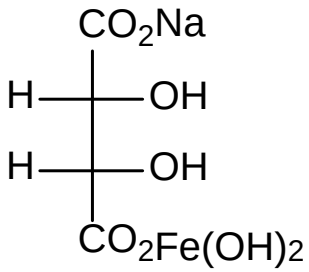
2.1 化学名称

D,L,内消旋-2,3-二羟基丁二酸合铁(III)

2.2 分子式

$Fe(OH)_2C_4H_4O_6Na$

2.3 结构式



2.4 相对分子质量

260.92（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	取适量样品，置于 50 mL 烧杯中，在自然光线下，观察其色泽和状态。
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.4
D-及 L-酒石酸（以干基计二钠盐），*w*/%	≥	14.0	附录 A 中 A.4
草酸盐（以干基计草酸），*w*/%	≤	1.5	附录 A 中 A.4
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
总砷（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
总汞（以 Hg 计）/（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 中规定的一级水。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 鉴别试验

在内消旋酒石酸、D-及L-酒石酸、草酸盐含量的测定试验中，测试溶液色谱图的主峰保留时间应和标准溶液色谱图的主峰保留时间相一致。

A.4 内消旋酒石酸、D-及L-酒石酸、草酸盐含量的测定

A.4.1 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 的硫酸溶液作为流动相，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.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 硫酸溶液：0.01 mol/L。

A.4.2.2 一水合内消旋酒石酸：纯度> 98 %。

A.4.2.3 D-酒石酸：纯度> 99 %。

A.4.2.4 L-酒石酸：纯度> 99 %。

A.4.2.5 二水合草酸：纯度> 99 %。

A.4.2.6 氢氧化钠溶液：5 mol/L。

A.4.2.7 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 ℃）保存。样品溶液在 2 周内保持稳定。

A.4.2.8 微孔滤膜：0.45 μm，水相。

A.4.3 仪器与设备

A.4.3.1 高效液相色谱仪：示差折光检测器。

A.4.3.2 电子天平：感量 0.00001 g。

A.4.3.3 自动进样器：配备 20 μL 的样品回路。

A.4.3.4 柱温箱。

A.4.4 分析步骤

A.4.4.1 色谱条件

A.4.4.1.1 色谱柱：有机酸色谱柱，300 mm×7.8 mm，或等效色谱柱。

A.4.4.1.2 柱温：10 ℃。

A.4.4.1.3 流动相：硫酸溶液（A.4.2.1）。

A.4.4.1.4 流速：0.3 mL/min。

A.4.4.1.5 进样体积：20 μL。

A.4.4.1.6 检测器：示差折光检测器。

A.4.4.2 标准溶液的配制

A.4.4.2.1　多组分标准溶液 A（2 份）。

取 50 mg 至60 mg 质量范围内的一水合内消旋酒石酸（A.4.2.2）与20 mg 至30 mg 质量范围内的D-酒石酸（A.4.2.3）或L-酒石酸（A.4.2.4），精确到 0.01 mg，置 50 mL 烧瓶中。加入50 mL 硫酸溶液（A.4.2.1）溶解，确定总质量，精确到 0.1 mg，作为第一份多组分标准溶液 A。重复操作配制第二份多组分标准溶液 A，其中的一水合内消旋酒石酸（A.4.2.2）与 D-酒石酸（A.4.2.3）或L-酒石酸（A.4.2.4）的含量应与第一份有轻微区别，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份标准溶液 A 之间。

A.4.4.2.2　草酸标准溶液 B。

称取 250 mg 的二水合草酸（A.4.2.5），精确到 0.1 mg，用硫酸溶液（A.4.2.1）溶解并定容至 500 mL。确定总质量，精确到 1 mg。

A.4.5　**结果计算**

A.4.5.1　**多组分标准溶液 A 中内消旋酒石酸、D−及L−酒石酸的浓度**

A.4.5.1.1 移取标准溶液 A 注入小玻璃瓶中，按照 A.4.5.4 测定分析两个多组分标准溶液 A。多组分标准溶液 A 中内消旋酒石酸的质量 M_1，单位为毫克（mg），按式（A.1）计算：

$$M_1 = M_{cq1} \times [\frac{150.09 \times X}{168.10 \times 100}] \quad \text{（A.1）}$$

式中：

M_{cq1}——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分数；

150.09——内消旋酒石酸的分子量；

168.10——一水合内消旋酒石酸的分子量；

100——换算系数。

A.4.5.1.2 多组分标准溶液 A 中无水 D-及 L-酒石酸的质量 M_2，单位为毫克（mg），按式（A.2）计算：

$$M_2 = M_{cq2} + M_{cq1} \times [\frac{150.09 \times Y}{168.10 \times 100}] \quad \text{（A.2）}$$

式中：

M_{cq1}——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）；

M_{cq2}——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-酒石酸的质量分数；

150.09——内消旋酒石酸的分子量；

168.10——一水合内消旋酒石酸的分子量；

100——换算系数。

A.4.5.1.3 多组分标准溶液 A 中，内消旋酒石酸的浓度 x_1，按式（A.3）计算：

$$x_1 = \frac{M_1}{M_t} \quad \text{（A.3）}$$

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）；

M_t——多组分标准溶液 A 的质量，单位为克（g）。

A.4.5.1.4 内消旋酒石酸（以干基计二钠盐）的质量分数 w_1，按式（A.4）计算：

$$w_1 = \frac{x_1 \times 194.05}{(1-w_t) \times 150.09} \times 100\% \quad \text{（A.4）}$$

式中：

x_1——内消旋酒石酸的浓度；

w_t——多组分标准溶液 A 中水分的质量分数；

194.05——内消旋酒石酸二钠盐的分子量；

150.09——内消旋酒石酸的分子量。

A.4.5.1.5 多组分标准溶液 A 中，D-及 L-酒石酸的浓度 x_2，按式（A.5）计算：

$$x_2 = \frac{M_2}{M_t} \quad \text{（A.5）}$$

式中：

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）；

M_t——多组分标准溶液 A 的质量，单位为克（g）。

A.4.5.1.6 D-及 L-酒石酸（以干基计二钠盐）的质量分数 w_2，按式（A.6）计算：

$$w_2 = \frac{x_2 \times 194.05}{(1-w_t) \times 150.09} \times 100\% \quad \text{（A.6）}$$

式中：

x_2——D-及 L-酒石酸的浓度；

w_t——多组分标准溶液 A 中水分的质量分数；

194.05——D-或 L-酒石酸二钠盐的分子量；

150.09——D-或 L-酒石酸的分子量。

A.4.5.2 **草酸标准溶液 B 中草酸的浓度**

按照表 A.1 制备校准溶液（I-VII）：用移液枪分别移取相应体积的草酸标准溶液 B 至 7 个 50 mL 的烧瓶中，分别加入 50 mL 的硫酸溶液（A.4.2.1）并确定总质量，将结果精确到 0.1 mg，按 A.4.5.4 测定分析后绘制曲线图并得到计算方程（A.4.5.5.2）。

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

草酸标准溶液 B 中草酸的质量 M_3，单位为毫克（mg），按式（A.7）计算：

$$M_3 = M_{cq3} \times [\frac{90.03}{126.06}] \quad \text{（A.7）}$$

式中：

M_{cq3}——草酸标准溶液 B 中二水合草酸的含量，单位为毫克（mg）；

90.03——草酸的分子量；

126.06——二水合草酸的分子量。

草酸标准溶液 B 中草酸的浓度 x_3，按式（A.8）计算：

$$x_3 = \frac{M_3}{M_o} \times \frac{M_{cq4}}{M_{aq}} \quad \text{（A.8）}$$

式中：

M_o——草酸标准溶液 B 的质量，单位为克（g）；

M_{cq4}——表 A.1 中移取的草酸标准溶液 B 的质量，单位为毫克（mg）；

M_{aq}——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.4.5.3 **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.4.2.6），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。测试样品溶液经微孔滤膜过滤后，注入小玻璃瓶中，按 A.4.5.4 测定分析。

A.4.5.4 **测定**

分别注射 20 μL 的多组分标准溶液 A（A.4.4.2.1），草酸标准溶液 B（A.4.5.2），和过滤后的测试样品溶液（A.4.5.3）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，并确定各组分的峰面积（A_{sq}）。

A.4.5.5 **标准曲线绘制**

A.4.5.5.1 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.4.5.4，测试两份多组分标准溶液A（A.4.4.2.1），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.9）。

A.4.5.5.2 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a_q和斜率b_q，按照校准函数（A.9）计算：

$$y = a_q + b_q x \quad \text{（A.9）}$$

式中：

y——标准样中组分 q 的峰面积（A_c）；

a_q——组分 q 标准曲线的截距；

b_q——组分 q 标准曲线的斜率；

x——标准样中组分 q 的浓度，单位为毫克每克（mg/g），按式（A.3）、（A.5）、（A.8）计算。

A.4.5.6 **测试样品中各组分 q 的浓度**

测试样品中各组分浓度 $c(q)$，按式（A.10）计算：

$$c(q) = \frac{(A_{sq} - a_q) \times M}{M_s \times b_q} \times 100\% \quad \text{（A.10）}$$

式中：

A_{sq}——测试样品溶液中组分 q 的峰面积；

a_q——组分 q 标准曲线的截距；

M——50 mL 烧瓶（A.4.5.3）中组分的质量，单位为克（g）；

M_s——测试样品的质量，单位为毫克（mg）；

b_q——组分 q 标准曲线的斜率。

A.4.6 **精密度**

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 %。

附录 B

内消旋酒石酸、D-及 L-酒石酸、草酸液相色谱图

B.1 内消旋酒石酸液相色谱图

内消旋酒石酸液相色谱图见图 B.1。

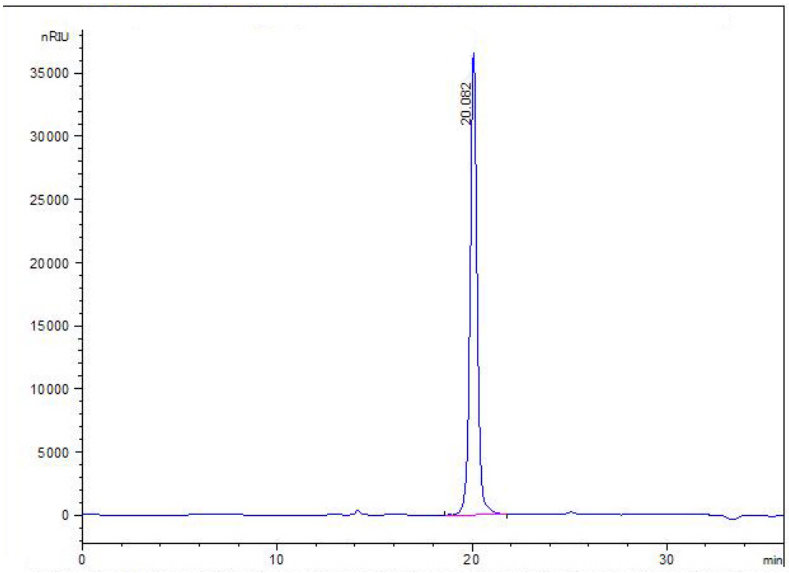


图 B.1 内消旋酒石酸液相色谱图

B.2 D-及 L-酒石酸液相色谱图

D-及 L-酒石酸液相色谱图见图 B.2。

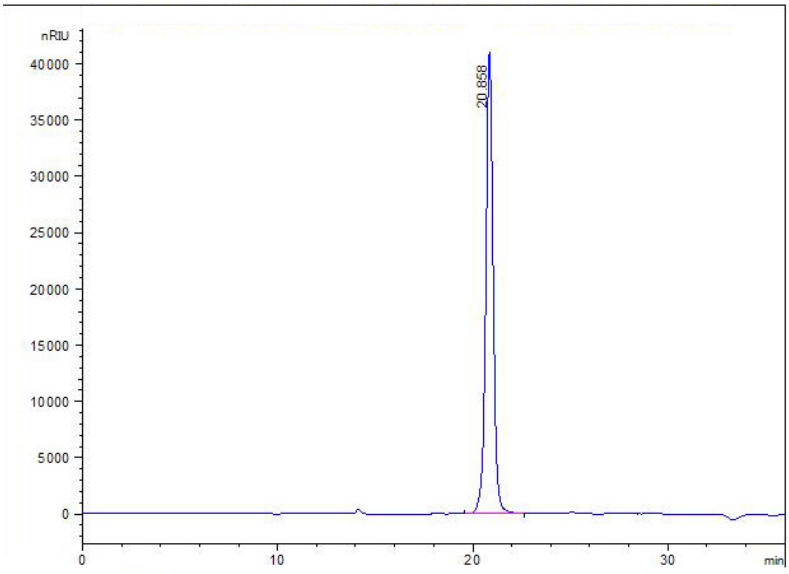


图 B.2 D-及 L-酒石酸液相色谱图

B.3 草酸液相色谱图

草酸液相色谱图见图 B.3。

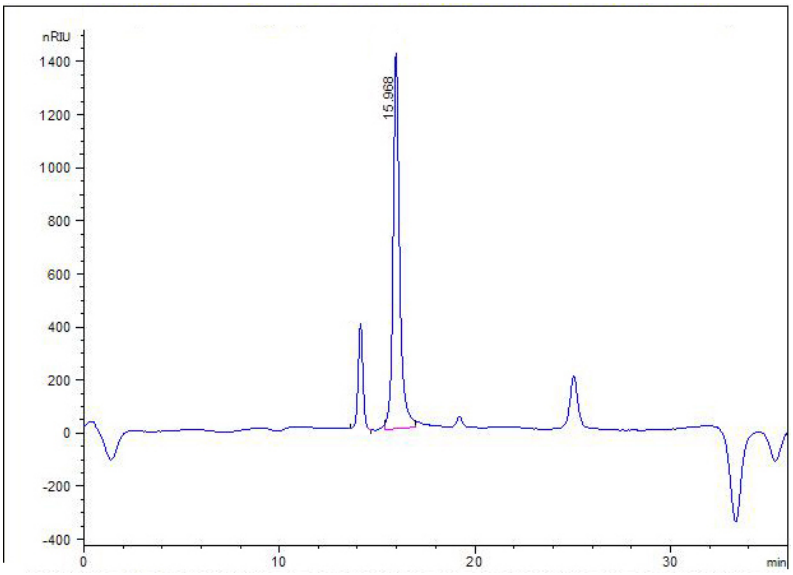

nRIU
1400
1200
1000
800
600
400
200
0
-200
-400
15.968
0
10
20
30
min

图 B.3　草酸液相色谱图