

前 言

L-抗坏血酸棕榈酸酯是一种食品添加剂,国外曾作为抗氧化剂广泛用于各种食品,由于本品是维生素 C(抗坏血酸)的衍生物,可为机体提供维生素 C,因此,也可作为营养强化剂应用。

本标准非等效采用《美国食品化学法典》1983 年第三版(简称 FCCⅢ)中抗坏血酸十六酯的标准制定的(经查 FCC1994 年第四补充版没有修订)。在鉴别项下增加碘量法鉴别。在试验方法上有的项目与 FCCⅢ 相同,有的项目与 FCCⅢ 不同。主要是为了与国标一致,试验方法更合理。但是,其原理和结果是等同的。

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组织起草,由天津药物研究院技术归口。

本标准起草单位:河北省石家庄市第一制药厂。

本标准主要起草人:车应成、钟南平、苑洪忠。

中华人民共和国国家标准

食品添加剂 L-抗坏血酸棕榈酸酯

GB 16314—1996

Food additive
—L-ascorbyl palmitate

1 范围

本标准规定了食品添加剂 L-抗坏血酸棕榈酸酯的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输与贮存的要求。

本标准适用于用棕榈酸与氯化亚砷反应制取棕榈酰氯后与 L-抗坏血酸反应制得的 L-抗坏血酸棕榈酸酯,可添加于食品中作为抗氧化剂及补充维生素 C 的营养强化剂。

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为本标准的条文。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 601—88 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB 602—88 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB 603—88 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 613—88 化学试剂 比旋光度测定通用方法

GB 8450—87 食品添加剂中砷的测定方法

GB 8451—87 食品添加剂中重金属限量试验法

《中华人民共和国药典》1995 年版(二部)

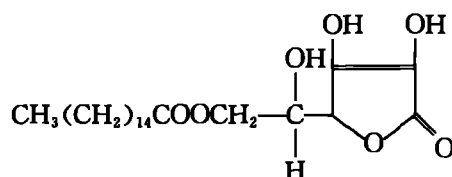
3 化学名称、分子式、结构式、分子量

化学名称:L-抗坏血酸十六酸酯

L-ascorbic acid, 6-hexadecanoate

分子式: $C_{22}H_{38}O_7$

结构式:



分子量:414.54(按 1987 年国际原子量)

4 技术要求

4.1 性状

国家技术监督局 1996-05-21 批准

1996-12-01 实施

本品为白色或黄白色的粉末,有轻微气味,极微溶于水和植物油,易溶于无水乙醇及无水甲醇中,室温下,4.5 mL 无水乙醇可溶解本品 1 g,且其溶解度随温度升高而增大。

4.2 项目和指标

表 1

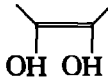

项 目	指 标
含量(以 $C_{22}H_{38}O_7$ 计), %	≥ 95.0
比旋度 $[\alpha]_D^{25}$	$+21^{\circ} \sim +24^{\circ}$
熔点范围, $^{\circ}C$	107~117
干燥失重, %	≤ 2.0
灼烧残渣, %	≤ 0.1
砷盐(以 As 计), %	≤ 0.0003
重金属(以 Pb 计), %	≤ 0.001

5 试验方法

除特殊规定外,试验中所用试剂均为分析纯试剂;水为蒸馏水或相应纯度的水;仪器、设备为一般实验室仪器、设备。

5.1 鉴别

5.1.1 原理

二氯靛酚钠溶液和碘液试验是根据本品在其结构上含有烯二醇式结构 , 易被二氯靛酚钠或碘氧化为双酮式结构 , 同时二氯靛酚钠溶液或碘液试验退色, 据此可对本品进行鉴别。

5.1.2 试剂和溶液

5.1.2.1 2,6-二氯靛酚钠溶液: 0.1% (m/V) 水溶液。

5.1.2.2 无水乙醇(GB 678)。

5.1.2.3 碘液: 0.1 mol/L (GB 675)。

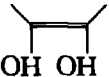

5.1.3 鉴别方法

5.1.3.1 取本品 1 g 溶于 10 mL 无水乙醇中, 该溶液可使 0.1% 的 2,6-二氯靛酚钠水溶液退色。

5.1.3.2 取本品 1 g 溶于 10 mL 无水乙醇中, 该溶液可使 0.1 mol/L 的碘液退色。

5.2 含量测定

5.2.1 原理

采用碘量法, 本品在其结构上含有烯二醇式结构 , 具有强的还原性, 易被碘液氧化为双酮式结构 , 同时使碘还原生成 HI。

5.2.2 试剂和溶液

5.2.2.1 碘标准滴定溶液(0.1 mol/L): 称取碘(GB 675)适量, 按照 GB 603 中规定的方法制备。

5.2.2.2 无水乙醇(GB 678)。

5.2.3 测定方法

称取样品约 0.3 g(准确至 0.000 2 g),置于 250 mL 碘量瓶中,加 50 mL 无水乙醇使之溶解,再加水 30 mL,摇匀,立即用 0.1 mol/L 的碘标准溶液滴定至黄色,30 s 内不退色为终点,记下碘标准溶液消耗的体积(mL)。

5.2.4 结果的计算

L-抗坏血酸棕榈酸酯含量 $X_1(\%)$ 以质量百分数表示,可按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{V \cdot c_1 \times 0.2073}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: V ——滴定样品所消耗碘标准滴定液的体积, mL;

c_1 ——碘标准滴定液的浓度, mol/L;

m_1 ——称量样品的质量, g;

0.2073——与 1.00 mL 碘标准滴定液 [$c(1/2I_2) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的 L-抗坏血酸棕榈酸酯的质量。

取两次计算的算术平均值为测试结果,应表示至一位小数。

5.2.5 允许差

本方法二次平行测定的允许相对偏差在 0.3% 以内。

5.3 比旋度的测定

5.3.1 仪器和试剂

5.3.1.1 仪器:采用 GB 613 中规定的仪器装置。

5.3.1.2 试剂:甲醇(GB 683)。

5.3.2 测定方法

称取样品约 2 g(准确至 0.002 g),置于 20 mL 容量瓶中,加甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,按照 GB 613 中规定的方法操作,并调节温度至 $25^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$,测定。

5.3.3 结果的说明

比旋度 $[\alpha]_D^{25}$ 按式(2)计算:

$$[\alpha]_D^{25} = \frac{\alpha \times 100}{c_2 \cdot l} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: $[\alpha]_D^{25}$ —— 25°C 时的比旋度;

α —— 25°C 时测定得的旋光度;

l ——旋光测定管的长度, dm;

c_2 ——100 mL 溶液中含 L-抗坏血酸棕榈酸酯的质量(按干燥品计算), g。

5.4 熔点范围的测定

按照《中华人民共和国药典》1995 年版二部附录 33 页熔点测定法第一法测定。

5.5 干燥失重的测定

将约 1 g 样品研成约 2 mm 大小的颗粒,置于称量过的与样品测定条件相同的情况下干燥 30 min 的扁形称瓶中,精密称定,然后将装样瓶放入真空干燥箱中,在 $56^\circ\text{C} \sim 60^\circ\text{C}$ 下,压力在 2.67 kPa (20 mmHg) 左右干燥 1 h,取出在干燥器中冷至室温,称定重量,从减失的重量和取样量计算干燥失重。

5.6 灼烧残渣的测定

5.6.1 试剂和溶液

硫酸(GB 625)。

5.6.2 测定方法

称取样品 1 g(称准至 0.01 g),置于已在 $700^\circ\text{C} \sim 800^\circ\text{C}$ 灼烧至恒重的瓷坩埚内,先用小火缓缓加热至完全炭化,放冷后,加硫酸 0.5 mL~1.0 mL,使其湿润,低温加热至硫酸蒸气除尽后移入马福炉中,在 $700^\circ\text{C} \sim 800^\circ\text{C}$ 中灼烧至恒重。

5.6.3 结果的说明

灼烧残渣 $X_2(\%)$ 以质量百分数表示,按式(3)计算:

$$X_2 = \frac{m_2 - m_3}{m_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_2 ——坩埚与残渣总质量, g;

m_3 ——坩埚质量, g;

m_4 ——样品质量, g。

5.7 砷的测定

按照 GB 8450 中湿法消解砷斑法测定。

5.8 重金属的测定

按照 GB 8451 中干法测定。

6 检验规则

6.1 本品应由生产厂的质量检查部门进行检验,生产厂保证所有出厂的产品符合标准的要求,每件产品都应附有产品合格证。

6.2 使用单位可按照本标准对所收到的产品进行质量检验。

6.3 取样方法按包装件数而定,总件数 $n \leq 3$ 时,取样数为每件取样;总件数 $n \leq 300$ 时,取样数为 $\sqrt{n} + 1$;总件数 $n > 300$ 时,取样数为 $\frac{1}{2} \sqrt{n} + 1$ 。用清洁适用的取样器,深入每件包装的四分之三深度处。每件等量配样,用四分法缩样取化验用量的 10 倍量,分成两份,装入清洁、干燥、具有密封性和避光性的样品瓶中。瓶上贴有标签,注明产品名称、批号、生产厂名称和取样日期、取样人签名及必要的说明。一份送化验室,另一份密封保存,以备仲裁分析用。

6.4 如果检验的结果中有一项指标不符合本标准,应加倍取样件数,重新取样品进行核验,产品重新检验的结果有一项不符合标准时,则整批产品为不合格品。

6.5 如果供需双方对产品质量发生异议,可由双方协商选定仲裁单位按照本标准进行仲裁。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 包装上应有牢固的标志,内容应包括:产品名称(标明“食品添加剂”字样)、批号、产品生产批文号、生产日期、净重、商标、生产厂名、厂址和贮存条件。

7.2 本品应装于硬纸板桶/箱中,内衬牛皮纸袋和双层食品用聚乙烯塑料袋,夹层中放一包硅胶干燥剂。每桶/箱装量根据市场要求而定。

7.3 本品不得与有毒、有害或其他有污染的物品及具有氧化性物质混装、合运。

7.4 本品应贮存在避光干燥处,防止受潮、受热。

7.5 按规定包装,原包装保质期为贰年(开封后尽快使用,以免变质)。