

# 中华人民共和国医药行业标准

YY 0036—91

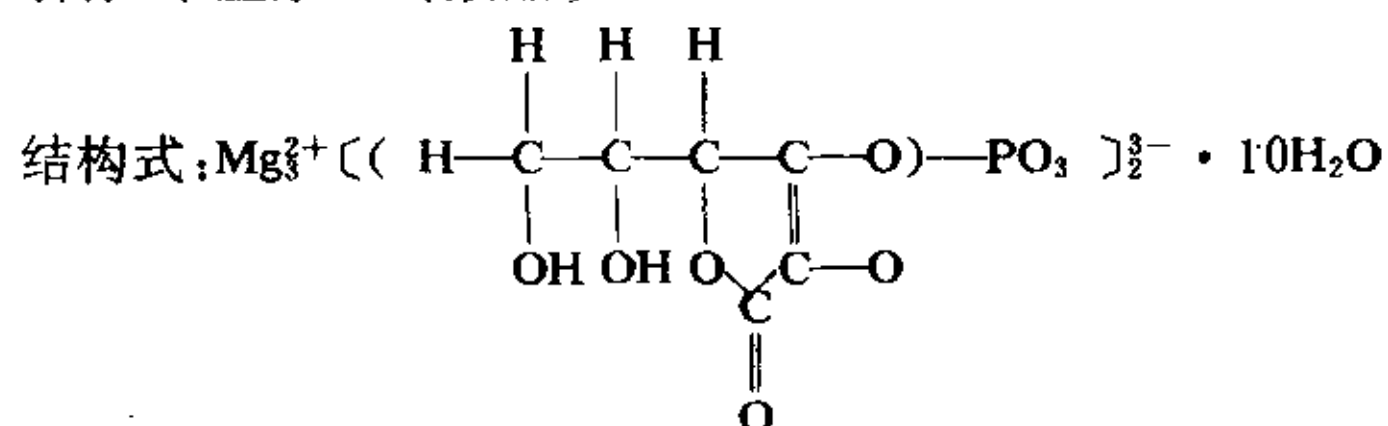
## 食品添加剂 维生素 C 磷酸酯镁

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了食品添加剂维生素 C 磷酸酯镁的技术要求、试验方法、检验规则、包装、标志、贮存与运输的要求。

本标准适用于维生素 C 经磷酸酸化成盐后所制得的维生素 C 磷酸酯镁,该产品添加于各类食品作营养强化剂。

名称:维生素 C 磷酸酯镁



化学名称:L-抗坏血酸-单氧-磷酸酯镁

分子式:  $\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{O}_{18}\text{P}_2\text{Mg}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$

分子量: 759.22 (以  $\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{O}_{18}\text{P}_2\text{Mg}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$  计,采用 1987 年国际原子量表)

### 2 引用标准

中华人民共和国药典 1985 年版 二部

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

### 3 技术要求

#### 3.1 性状

本品为白色或微黄色的粉末;无臭、无味;具有吸湿性;在光、热和空气中较稳定。

本品不溶于乙醇、三氯甲烷或乙醚等有机溶剂,溶于水,易溶于稀酸。

#### 3.2 项目和指标

项 目	指 标
含量(以 $\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{O}_{18}\text{P}_2\text{Mg}_3$ 计), %	$\geq 95$
含磷酸盐(以磷 P 计), %	$\leq 1.0$
含氯化物(以氯 Cl 计), %	$\leq 0.50$
干燥失重, %	$18 \pm 2$
比旋度 $[\alpha]_D^{20}$ , (°)	$14.6 \pm 2$

国家医药管理局 1991-05-14 批准

1992-01-01 实施

续表

项 目	指 标
pH 值	8.0±1
重金属(以铅 Pb 计), %	≤ 0.002
砷盐(以砷 As 计), %	≤ 0.000 3

#### 4 检验方法

本标准所用的试剂未经特殊注明者,均为分析纯试剂,水为蒸馏水或去离子水,溶液为水溶液,仪器设备为一般实验室设备。

本标准所需溶液在未注明时,均按 GB 601、GB 602、GB 603 的规定制备。

##### 4.1 鉴别

##### 4.1.1 试剂和溶液

4.1.1.1 盐酸(GB 622):[ $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$ ]盐酸溶液;

4.1.1.2 氢氧化钠(GB 629):[ $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ ]氢氧化钠溶液;

4.1.1.3 氢氧化钠(GB 629):[ $c(\text{NaOH})=2 \text{ mol/L}$ ]氢氧化钠溶液;

4.1.1.4 镁试剂溶液:用 100 mL 2 mol/L 氢氧化钠溶液溶解 50 mg 镁试剂 I,摇匀,即得;

4.1.1.5 100 g/L 三氯化铁盐酸溶液:称取三氯化铁(HG 3—1085)10 g 置于 100 mL 容量瓶中,用 0.1 mol/L 盐酸溶液溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。

##### 4.1.2 鉴别方法

4.1.2.1 取本品约 50 mg,加 0.1 mol/L 盐酸溶液 5 mL,加 100 g/L 三氯化铁盐酸溶液 2 滴,即显酒红色。

4.1.2.2 取本品,加 0.1 mol/L 盐酸溶液制成每 1 mL 中含 20  $\mu\text{g}$  的溶液,照分光光度法(《中华人民共和国药典》1985 年版二部附录第 20 页)测定,在 237 nm 处有最大吸收;加 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液制成每 1 mL 中含 20  $\mu\text{g}$  的溶液,照分光光度法测定,在 261 nm 处有最大吸收。

4.1.2.3 取本品约 50 mg,用 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH=10,加入镁试剂溶液 2 滴,显蓝色沉淀。

##### 4.2 维生素 C 磷酸酯镁含量的测定

##### 4.2.1 原理

在酸性溶液中,维生素 C 磷酸酯镁在 237 nm 处有最大吸收,且符合朗伯比尔定律。据此可测出样品溶液的吸光度,以百分吸收系数( $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ )计算百分含量。

##### 4.2.2 测定方法

称取本品 0.1 g(准至 0.000 2 g)置于 100 mL 容量瓶中,用 0.1 mol/L 盐酸溶液(4.1.1.1)溶解并稀释至刻度;从中吸取 1.0 mL 置于 50 mL 容量瓶中,用 0.1 mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。将此液置于 1 cm 石英比色皿中,用紫外分光光度计于 237 nm 处测定吸收度。以 0.1 mol/L 盐酸溶液为空白。

##### 4.2.3 分析结果的表述:

$$X_1(\%) = \frac{A \times 5\,000}{0.762\,7 \times m_1 \times 324 \times L} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $X_1$  —— 维生素 C 磷酸酯镁(以  $\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{O}_{18}\text{P}_2\text{Mg}_3$  计)含量;

$A$  —— 样品的吸收度;

$m_1$  —— 样品的质量, g;

$L$  —— 光路的长度, cm;

5 000 —— 样品稀释倍数;

0.762 7——样品以无水计的换算因数；

324——样品的百分吸收系数( $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ )。

### 4.3 磷酸盐的测定

#### 4.3.1 原理

在酸性溶液中,磷酸根与钼酸盐反应生成磷钼酸络合物,再用氯化亚锡还原,得到钼蓝色溶液。用分光光度计测定其吸收度,根据标准磷酸盐溶液的工作曲线,计算出样品的含磷量。

#### 4.3.2 试剂和溶液

4.3.2.1 钼酸铵硫酸溶液:称取 25 g 钼酸铵(GB 657)于 1 000 mL 的容量瓶中,加入 175 mL 的水使之溶解,得 I 液;小心地把 280 mL 硫酸(GB 625)加到 400 mL 的水中,得 II 液;将冷却的 II 液倒入 I 液容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,即得。

4.3.2.2 氯化亚锡丙三醇溶液:称取 2.5 g 氯化亚锡(GB 638)于 100 mL 丙三醇(GB 687)中,在水浴中加热并用玻璃棒搅拌助溶。

4.3.2.3 磷酸二氢钾标准溶液:1 mL 含 1 mg 的磷。

#### 4.3.3 样品溶液

称取样品 0.1 g(准至 0.000 2 g)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,即得。

#### 4.3.4 测定方法

精密吸取样品溶液(4.3.3)10.0 mL 于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至约 40 mL,再加入 4 mL 钼酸铵硫酸溶液,最后滴入 10 滴氯化亚锡丙三醇溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置 12 min 后,用分光光度计于 650 nm 处测定吸收度,同时作空白对照。

#### 4.3.5 工作曲线

4.3.5.1 从磷酸二氢钾标准溶液中,分别吸取 0.5、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0 mL 于 6 个不同编号的 50 mL 容量瓶中,逐一用水稀释至约 40 mL,然后按(4.3.4)所述的测定步骤进行;

4.3.5.2 以每毫升含磷量的毫克数为横坐标,以吸收度为纵坐标绘制出工作曲线。

#### 4.3.6 分析结果的表述:

$$X_2(\%) = \frac{m_2 \times 500}{m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:  $X_2$  ——样品含磷量的重量百分数;

$m_2$  ——对应于样品溶液吸收度的含磷量,mg/mL;

$m_3$  ——样品的质量,mg;

500——样品稀释倍数。

### 4.4 氯化物的测定

#### 4.4.1 离子选择电极法(仲裁法)

##### 4.4.1.1 原理

以氯离子选择电极为指示电极,双盐桥甘汞电极为参比电极,用离子选择计测出样品溶液中氯离子的摩尔浓度,据此算出含氯量。

##### 4.4.1.2 试剂和溶液

4.4.1.2.1 氯化钠标准溶液:1 mL 含 1 mg 的氯;

4.4.1.2.2 氯化钾(GB 646):[ $c(\text{KCl}) = 0.001 \text{ mol/L}$ ]氯化钾溶液;

4.4.1.2.3 氯化钾(GB 646):饱和溶液;

4.4.1.2.4 硝酸钾(GB 647):饱和溶液。

##### 4.4.1.3 仪器设备

4.4.1.3.1 通用离子选择计;

## 4.4.1.3.2 双盐桥式甘汞电极；

## 4.4.1.3.3 氯离子选择电极。

## 4.4.1.4 样品溶液

称取样品 1 g(准至 0.000 2 g)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。然后倒适量于 50 mL 的小烧杯中,待测。

## 4.4.1.5 测定方法

## 4.4.1.5.1 将氯电极浸泡于 0.001 mol/L 氯化钾溶液中 1 h；

## 4.4.1.5.2 将双盐桥甘汞电极的内盐桥用饱和氯化钾溶液充满,外盐桥充饱和的硝酸钾溶液；

4.4.1.5.3 从氯化钠标准溶液中,分别精密吸取 2.0 mL、10.0 mL 置二个 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,然后分别倒出适量于二个不同编号的 50 mL 的小烧杯中,得到标 A、标 B 溶液；

4.4.1.5.4 用标 A、标 B 溶液在通用离子选择计上定出斜率,再用标 B 定位(具体操作步骤,按离子选择计说明书的规定进行),然后测定待测的样品溶液。

## 4.4.1.6 分析结果的表述：

$$X_3(\%) = \frac{c \times 0.1 \times 35.5}{m_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：X<sub>3</sub>——样品含氯量的质量百分数；

c——测出的样品溶液的摩尔浓度, mol/L；

0.1——样品稀释液的体积数, L；

35.5——氯原子的原子量；

m<sub>4</sub>——样品的质量, g。

## 4.4.2 比浊法

## 4.4.2.1 试剂和溶液

4.4.2.1.1 硝酸(GB 626)：[c(HNO<sub>3</sub>)=1.60 mol/L]硝酸溶液；

4.4.2.1.2 硝酸银(GB 670)：[c(AgNO<sub>3</sub>)=0.1 mol/L]硝酸银溶液；

4.4.2.1.3 氯化钠标准溶液：取(4.4.1.2.1)溶液稀释成每 1 mL 含 Cl 为 10 μg 的溶液。

## 4.4.2.2 样品溶液

称取样品 0.5 g 于 50 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

## 4.4.2.3 测定方法

精密吸取样品液(4.4.2.2)1.4 mL 2 份,分置 50 mL 纳氏比色管中,在各管中加水约 30 mL 和 1.60 mol/L 硝酸溶液 10 mL,摇匀,即得一份供试品溶液；另一份加入 1 mL 0.1 mol/L 硝酸银溶液,摇匀,放置 10 min,反复过滤,至滤液完全澄清,即为对照品液。

在供试品溶液中,加入 0.1 mol/L 硝酸银溶液 1 mL,在对照品液中加入 7 mL 氯化钠标准溶液,分别用水稀释至 50 mL,摇匀,置暗处 5 min。同置黑色背景上,从比色管上方向下观察比较,供试品溶液产生的浑浊,不得比对照品溶液更深。

## 4.5 干燥失重

## 4.5.1 测定方法

称取样品约 1 g(准至 0.000 2 g),置于在 130℃干燥至恒量的称量瓶中,精密称定；在 130±10℃干燥 4 h 后,放入干燥器中冷却至室温,称量。

## 4.5.2 分析结果的表述：

$$X_4(\%) = \frac{m_5 - m_6}{m_5 - m_7} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中： $X_4$ ——维生素 C 磷酸酯镁的干燥失重；

$m_5$ ——干燥前样品和称量瓶的总质量，g；

$m_6$ ——干燥后样品和称量瓶的总质量，g；

$m_7$ ——称量瓶的质量，g。

#### 4.6 pH 值的测定

##### 4.6.1 样品溶液

称取样品 0.5 g(准至 0.000 2 g)加水 50 mL 使之溶解，过滤，滤液为样品溶液。

##### 4.6.2 测定方法

采用《中华人民共和国药典》1985 年版二部附录第 33 页“pH 值测定法”测定。

#### 4.7 比旋度的测定

##### 4.7.1 样品溶液

称取样品 1.0 g(准至 0.000 2 g)置于 100 mL 容量瓶中，用 0.1 mol/L 盐酸溶液(4.1.1.1)溶解并稀释至刻度，摇匀，即得。

##### 4.7.2 测定方法

采用《中华人民共和国药典》1985 年版二部附录第 16 页“旋光度测定法”测定。

#### 4.8 重金属的测定

##### 4.8.1 试剂和溶液

##### 4.8.1.1 乙酸(冰醋酸)(GB 676):60+40 溶液。

##### 4.8.2 样品溶液

称取样品 1 g 于 50 mL 纳氏比色管中，加入 5 mL 乙酸溶液，用水稀释至 25 mL，摇匀，即得。

##### 4.8.3 测定方法

采用《中华人民共和国药典》二部附录第 38 页“重金属检查法”方法一测定。

#### 4.9 砷的测定

##### 4.9.1 试剂和溶液

##### 4.9.1.1 盐酸(GB 622)。

##### 4.9.2 样品溶液

称取样品 1 g(准至 0.000 2 g)，加盐酸 5 mL，加水 21 mL，溶解摇匀，即得。

##### 4.9.3 测定方法

采用《中华人民共和国药典》1985 年版二部附录第 39 页“砷盐检查法”测定。

### 5 检验规则

5.1 本品应由生产厂质量检验部门进行检验。生产厂保证所有出厂的产品均符合本标准的要求，每批出厂的产品都应附有质量证明书。

5.2 使用单位可按本标准对收到产品进行质量检查。

##### 5.3 取样方法

以每批袋数的 2% 选取试样，小批的不得少于 3 袋。从选出的袋数中，用取样工具伸入每袋四分之三处，取出不少于 100 g 的样品。将取出的样品迅速混匀，用四分法缩分，装于清洁、干燥、带磨口的广口瓶(容量不少于 250 mL)中，粘贴标签，注明生产厂名称、生产日期、品名、批号及取样日期，送交化验室及时分析。

5.4 检验结果有一项不符合标准时，应加倍抽样化验，重新检验的结果仍有一项不符合标准时，则整批定为不合格品。

5.5 如供需双方对产品质量发生异议需仲裁时，可由双方协商仲裁单位，按本标准规定的方法和验收规则进行。

## 6 标志、包装、运输和贮存

### 6.1 标志

标签上应印有产品名称、批号、净重、批准文号、生产厂厂名及贮存的要求,并注明“食品添加剂”字样及折成维生素 C 的量。

注: 1 g 维生素 C 相当于 1.645 g 的  $C_{12}H_{12}O_{10}P_2Mg_3$ 。

### 6.2 包装

包装大小可根据用户需要,包装材料必须符合食品卫生标准的要求。

### 6.3 运输

本品不得与有毒、有害或其他污染的物品混放、混运,防止日晒雨淋。

### 6.4 贮存

本品应在避光、阴凉、干燥处贮存,防止受潮。原包装保质期为一年。

---

#### 附加说明:

本标准由国家医药管理局、中华人民共和国卫生部提出。

本标准由中国医药工业公司、卫生部食品卫生监督检验所技术归口。

本标准由江西黎明制药厂、江西食品卫生监督所负责起草。

本标准主要起草人汪若跃、陈俊仁、张心淑。