

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。

学名称: L—抗坏血酸—单氧—磷酸酯镁

分式: $C_{12}H_{12}O_{18}P_2Mg_3 \cdot 10H_2O$

分子量:759.22(以 $C_{12}H_{12}O_{18}P_2Mg_3 \cdot 10H_2O$ (计,采用 1987 年国际原子量表)

1 技术要求

1.1 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。

1.2 项目和指标:为表中规定

项 目	指 标
含量(以 $C_{12}H_{12}O_{18}P_2Mg_3$ 计),%	≥ 95
含磷酸盐(以磷 P 计),%	≤ 1.0
含氯化物(以氯 Cl 计),%	≤ 0.50
干燥失重,%	2 18± 1
比旋度 $[\alpha]_{D^{20}}$, (°)	14.6±2
PH 值	8.0±1
重金属(以铅 pb 计),%	≤ 0.002
砷盐(以砷 As 计),%	≤ 0.0003

2 检验方法

2.1 鉴别

2.1.1 试剂和溶液

盐酸(GB 622):0.1mol/L 盐酸溶液;

氢氧化钠(GB 629):0.1mol/L 氢氧化钠溶液;

氢氧化钠(GB 629):2mol/L 氢氧化钠溶液;

镁试剂溶液:用 100mL2mol/L 氢氧化钠溶液溶解 50mg 镁试剂 1,摇匀,即得;

100g/L 三氯化铁盐酸溶液:称取三氯化铁(HG3-1085)10g 置于 100mL 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。

2.1.2 鉴别方法

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

b.取本品,加 0.1mol/L 盐酸溶液制成每 1mL 中含 20 μg 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 237nm 处有最大吸收;加 0.1mol/L 氢氧化钠溶液制成每 1mL 中含 20 μg 的溶液,照分光光度法测定,在 261nm 处有最大吸收。

c.取本品约 50mg,用 0.1mol/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。

2.2 维生素 C 磷酸酯镁含量的测定

2.2.1 原理

在酸性溶液中,维生素 C 磷酸酯镁在 237nm 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($E^{1\%1cm}$)计算百分含量。

2.2.2 测定方法

称取本品 0.1g(准至 0.0002g)置于 100mL 容量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸溶液(4.1.1.1)溶解并稀释至刻度;从中吸取 1.0mL 置于 50mL 容量瓶中,用 0.1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度,摇匀。将此液置于 1cm 石英比色皿中,用紫外分光光度计于 237nm 处测定吸收度。以 0.1mol/L 盐酸溶液为空白。

2.2.3 分析结果的表述:

$$X1(\%) = \frac{A \times 5000}{0.7627 \times m1 \times 324 \times L} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中: X1——维生素 C 磷酸酯镁(以 $C_{12}H_{12}O_{18}P_2Mg_3$ 计)含量;

A——样品的吸收度;

L——光路的长度,cm;

m1——样品的质量,g;

5000——样品的稀释倍数;

0.7627——样品以无水计的换算因数;

324——样品的百分吸收系数($E^{1\%1cm}$)。

2.3 磷酸盐的测定

2.3.1 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。

2.3.2 试剂和溶液

2.3.2.1 钼酸铵硫酸溶液:称取 25g 钼酸铵 GB (657)于 1000mL 的容量瓶中,加入 175mL 的水使之溶解,得 I 液;小心地把 280mL 硫酸(GB 625)加到 400mL 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。

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

2.3.2.3 磷酸二氢钾标准溶液:1mL 含 1mg 的磷。

2.3.3 样品溶液

称取样品 0.1g(准至 0.0002g)置于 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,即得。

2.3.4 测定方法

精密吸取样品溶液(4.3.3)10.0mL 于 50mL 容量瓶中,用水稀释至约 40mL,再加入 4mL 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 12min 后,用分光光度计于 650nm 处测定吸收度,同时作空白对照。

2.3.5 工作曲线

2.3.5.1 从磷酸二氢钾标准溶液中,分别吸取 0.1、1.0、1.5、2.0、2.5、3.0、mL 于 6 个不同编号的 50mL 容量瓶中,逐一用水稀释至约 40mL,然后按(2.3.4)所述的测定步骤进行;

2.3.5.2 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。

2.3.6 分析结果的表述:

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

式中: X₂——样品含磷量的重量百分数;

m₃——样品的质量,mg;

m₂——对应于样品溶液吸收度的含磷量,mg/mL;

500——样品稀释倍数。

2.4 氯化物的测定

2.4.1 离子选择电极法(仲裁法)

2.4.1.1 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。

2.4.1.2 试剂和溶液

氯化钠标准溶液:1mL 含 1mg 的氯;

氯化钾(GB 646)饱和溶液;

氯化钾(GB 646): (c(KCL)=0.001mol/L) 氯化钾溶液;

硝酸钾(GB 647)饱和溶液。

2.4.1.3 样品溶液称取样品 1g(准至 0.0002g)置于 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。然后倒适量于 50mL 的小烧杯中,待测。

2.4.1.4 测定方法

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

2.4.1.4.2 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;

2.4.1.4.3 从氯化钠标准溶液中,分别精密吸取 2.0mL、10.0mL 置二个 100mL 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 50mL 的小烧杯中,得到标 A、标 B 溶液;

2.4.1.4.4 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。

2.4.1.5 分析结果的表述:

$$c \times 0.1 \times 35.5$$

$$X3(\%) = \frac{\text{—————}}{m1} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中: X3——样品含氯量的质量百分数;
 0.1——样品稀释液的体积数,L;
 c——测出的样品溶液的摩尔浓度,mol/L;
 35.5——氯原子的原子量;

2.4.2.2 比浊法

2.4.2.1 试剂和溶液

硝酸(GB 626):1.60mol/L 硝酸溶液;硝酸银(GB 670):0.1mol/L 硝酸银溶液;
 氯化钠标准溶液:取(2.4.1.2)溶液稀释成每 1mL 含 Cl 为 10 μg 的溶液。

2.4.2.2 样品溶液

称取样品 0.5g 于 50mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

2.4.2.3 测定方法

精密吸取样品液(2.4.2.2)1.4mL2 份,分置 50mL 纳氏比色管中,在各管中加水约 30mL 和 1.60mol/L 硝酸溶液 10mL,摇匀,即得一份供试品溶液;另一份加入 1mL0.1mol/L 硝酸银溶液,摇匀,放置 10min,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 0.1mol/L 硝酸银溶液 1mL,在对照品液中加入 7mL 氯化钠标准溶液分别用水稀释至 50mL,摇匀,置暗处 5min。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。

2.5 干燥比重

称取样品约 1g(准至 0.0002g),置于在 130℃干燥至恒量的称量瓶中,精密称定;在 130±10℃干燥 4h 后,放入干燥器中冷却至室温,称量。

$$X1(\%) = \frac{m5-m6}{m5-m7} \times 100 \dots\dots\dots(4)$$

式中: X1——维生素 C 磷酸酯镁的干燥失重;
 m6——干燥后样品和称量瓶的总质量,g;
 m5——干燥前样品和称量瓶的总质量,g;
 m7——称量瓶的质量,g。

2.6 PH 值的测定

称取样品 0.5g(准至 0.0002g)加水 50mL 使之溶解,过滤,滤液为样品溶液。

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。

2.7 比旋度的测定

称取样品 1.0g(准至 0.002g)置于 100mL 容量瓶中,用 0.1mol/L 溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。

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。

2.8 重金属的测定

称取样品 1g 于 50mL 纳氏比色管中,加入 5mL 乙酸(60+40)溶液,用水稀释至 25mL,摇匀,即得。

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。

2.9 砷的测定

称取样品 1g(准至 0.0002g),加盐酸 5mL,加水 21mL,溶解摇匀,即得。

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。

