

中华人民共和国国家标准

GB 1903.53—2021

食品安全国家标准

食品营养强化剂 D-泛酸钙

2021-09-07 发布

2022-03-07 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

食品营养强化剂 D-泛酸钙

1 范围

本标准适用于以 β -氨基丙酸钙和 D-泛解酸内酯经酰化反应而得食品营养强化剂 D-泛酸钙。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

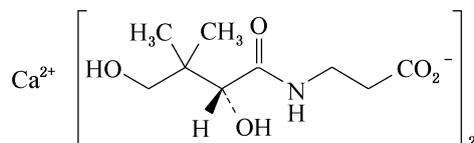
2.1 化学名称

D-(+)-N-(2,4-二羟基-3,3-二甲基丁酰)- β -氨基丙酸钙

2.2 分子式

$C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$

2.3 结构式



2.4 相对分子质量

476.54(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	白色	取适量试样置于洁净、干燥的白瓷盘中,在自然光线下,观察其色泽和状态,并嗅其气味
状态	粉末	
气味	无臭	

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
D-泛酸钙含量(以干基计), $w/\%$	97.0~103.0	附录 A 中 A.3
钙含量(以干基计), $w/\%$	8.2~8.6	附录 A 中 A.4
比旋光度, $[\alpha]_D^{20}/(^{\circ}) \cdot \text{dm}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$	+25.0~+27.5	附录 A 中 A.5
pH(50 g/L 水溶液)	6.8~8.0	附录 A 中 A.6
生物碱试验	通过试验	附录 A 中 A.7
碱度(50 g/L)	通过试验	附录 A 中 A.8
干燥减量, $w/\%$	\leq 5.0	附录 A 中 A.9
氯化物(以 Cl 计)/(mg/kg)	\leq 200	附录 A 中 A.10
β -丙氨酸, $w/\%$	\leq 0.5	附录 A 中 A.11
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq 2.0	GB 5009.75 或 GB 5009.12
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	\leq 0.5	GB 5009.76 或 GB 5009.11

附录 A 检验方法

A.1 一般规定

本标准所用试剂和水在未注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所用标准溶液、杂质测定用标准溶液、制剂和制品在未注明其他要求时,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.2 鉴别试验

A.2.1 试剂和材料

- A.2.1.1 氢氧化钠溶液:43 g/L。
- A.2.1.2 硫酸铜溶液:125 g/L。
- A.2.1.3 酚酞指示液:10 g/L。
- A.2.1.4 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$ 。
- A.2.1.5 三氯化铁溶液:90 g/L。
- A.2.1.6 草酸铵溶液:35 g/L。
- A.2.1.7 冰乙酸。
- A.2.1.8 盐酸。
- A.2.1.9 溴化钾:光谱纯,干燥品。

A.2.2 鉴别方法

- A.2.2.1 称取试样约 50 mg,加氢氧化钠溶液(A.2.1.1)5 mL,振摇,加硫酸铜溶液(A.2.1.2)2 滴,即显蓝紫色。
- A.2.2.2 称取试样约 50 mg,加氢氧化钠溶液(A.2.1.1)5 mL,振摇,煮沸 1 min,放冷,加酚酞指示液(A.2.1.3)1 滴,加盐酸溶液(A.2.1.4)至溶液褪色,再多加 0.5 mL 盐酸溶液(A.2.1.4),加三氯化铁溶液(A.2.1.5)2 滴,即显鲜明的黄色。
- A.2.2.3 本品的水溶液显钙盐的鉴别反应:称取试样 0.5 g,加水 5 mL 溶解,加草酸铵溶液(A.2.1.6),即发生白色沉淀,沉淀不溶于冰乙酸,但溶于盐酸。
- A.2.2.4 红外光谱:采用溴化钾压片法,按 GB/T 6040 的规定进行试验,试样的红外光谱图应与 D-泛酸钙标准品的红外光谱图一致。D-泛酸钙标准红外光谱图参考附录 B 中图 B.1。
- A.2.2.5 澄清度:称取约 1.00 g 样品,加 20 mL 水溶解,溶液呈澄清无色。
- A.2.2.6 溶解性:易溶于水和甘油,微溶于乙醇,不溶于三氯甲烷或乙醚。

A.3 D-泛酸钙含量(以干基计)的测定

A.3.1 方法提要

采用高效液相色谱法测定, C_{18} 色谱柱分离,紫外检测器检测,峰面积外标法定量计算样品中 D-泛酸钙的含量。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 乙腈:色谱纯。

A.3.2.2 磷酸二氢钠。

A.3.2.3 氢氧化钠溶液:43 g/L。

A.3.2.4 磷酸二氢钠溶液:称取 3.2 g 磷酸二氢钠(A.3.2.2)至 1 L 容量瓶中,用水定容至刻度,混匀。用氢氧化钠溶液(A.3.2.3)调节至 pH 为 5.5。

A.3.2.5 D-泛解酸钠(D-sodium pantoate CAS:60979-68-2);含量 \geq 97.0%。

A.3.2.6 D-泛酸钙标准品(D-Calcium Pantothenate CAS:137-08-6);含量 \geq 99.0%。

A.3.3 仪器和设备

A.3.3.1 天平:感量为 0.000 1 g。

A.3.3.2 高效液相色谱仪,带紫外检测器。

A.3.4 参考色谱条件

色谱参考条件为:

- a) 色谱柱: C_{18} (250 mm \times 4.6 mm,粒径为 5 μ m)或相当者;
- b) 流动相:量取 20 mL 乙腈(A.3.2.1)与 980 mL 磷酸二氢钠溶液(A.3.2.4)混合,该溶液过 0.45 μ m 滤膜,超声脱气;
- c) 流速:2.0 mL/min;
- d) 检测波长:200 nm;
- e) 进样量:20 μ L;
- f) 柱温:35 $^{\circ}$ C。

A.3.5 分析步骤

A.3.5.1 系统适用性溶液的制备

称取 0.050 g D-泛酸钙(A.3.2.6)和 0.010 g D-泛解酸钠(A.3.2.5)转移至 100 mL 容量瓶,水定容至刻度,混匀。

A.3.5.2 标准溶液的制备

称取约 0.025 g(精确至 0.000 1 g)预先干燥的 D-泛酸钙标准品(A.3.2.6)转移至 50 mL 容量瓶,用水定容至刻度,混匀。

A.3.5.3 试样溶液的制备

称取约 0.025 g(精确至 0.000 1 g)预先干燥的 D-泛酸钙试样转移至 50 mL 容量瓶,用水定容至刻度,混匀。

A.3.5.4 系统适用性试验

按照 A.3.4 的色谱条件,对系统适用性溶液(A.3.5.1)进行测试,应符合以下要求:重复进样 5 次,泛酸峰面积的相对标准偏差 \leq 1.5%;泛解酸钠盐和泛酸之间的分离度 \geq 1.5;泛酸峰的拖尾因子 \leq 1.5。在 A.3.4 的色谱条件下分析,参考色谱图见附录 C 中图 C.1。

A.3.5.5 测定

用高效液相色谱仪分别对标准溶液(A.3.5.2)和试样溶液(A.3.5.3)进行检测,记录色谱图,测量每个峰的峰面积。高效液相参考色谱图见附录 C 中图 C.2。

A.3.6 结果计算

D-泛酸钙含量(以干基计)的质量分数 w_1 按式(A.1)计算。

$$w_1 = \frac{A_s \times m_{\text{std}}}{A_{\text{std}} \times m_s} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

A_s ——试样溶液色谱图中 D-泛酸钙的峰面积值;

m_{std} ——标准品的质量,单位为克(g);

A_{std} ——标准品溶液色谱图中 D-泛酸钙的峰面积值;

m_s ——试样的质量,单位为克(g);

以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 2.0%。

A.4 钙含量的测定

A.4.1 方法提要

采用滴定法测定,根据乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定样品所消耗的体积,计算样品中钙的含量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 氢氧化钠溶液:43 g/L。

A.4.2.2 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})=0.05 \text{ mol/L}$ 。

A.4.2.3 钙紫红素指示剂:取钙紫红素 0.1 g,加无水硫酸钠 10 g,研磨均匀,即得。

A.4.3 分析步骤

称取试样 0.5 g(精确至 0.000 1 g)加水 100 mL 溶解后,加氢氧化钠溶液(A.4.2.1)15 mL 和钙紫红素指示剂(A.4.2.3)约 0.1 g,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(A.4.2.2)滴定,至溶液自紫红色转变为纯蓝色。

A.4.4 计算结果

钙含量(以干基计)的质量分数 w_2 按式(A.2)计算。

$$w_2 = \frac{V_2 \times c_3 \times M}{m_2 \times 1\,000 \times (1 - X_3)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

V_2 ——试样溶液消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c_3 ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——钙的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), $M(\text{Ca})=40.08$;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

X_3 ——试样干燥失重,质量分数, %。

计算结果表示至小数点后一位。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 0.6%。

A.5 比旋光度的测定

A.5.1 仪器和设备

A.5.1.1 旋光仪。

A.5.1.2 旋光测定管。

A.5.2 分析步骤

称取试样约 2.5 g(精确至 0.000 1 g),置于 50 mL 容量瓶中,加水至刻度,制成每 1 mL 含 50 mg 试样的溶液。按照 GB/T 613 中规定的方法测定旋光度。

A.5.3 计算结果

D-泛酸钙的比旋光度 $[\alpha]_{\text{D}}^{20\text{ }^{\circ}\text{C}}$ 按式(A.3)计算。

$$[\alpha]_{\text{D}}^{20\text{ }^{\circ}\text{C}} = \frac{\alpha}{l \times \rho_a} \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

α ——测得的旋光角,单位为度($^{\circ}$);

l ——旋光管的长度,单位为分米(dm);

ρ_a ——测定溶液中有效组成的质量浓度,单位为克每毫升(g/mL)。

A.6 pH 的测定

A.6.1 仪器和设备

酸度计。

A.6.2 分析步骤

称取约 0.50 g 样品(精确至 0.01 g),加 10 mL 水溶解,用酸度计测定 pH。

A.7 生物碱的测定

A.7.1 试剂和材料

A.7.1.1 盐酸溶液:2.7 mol/L。

A.7.1.2 碘化汞钾试液:称取 1.358 g 氯化汞(HgCl_2),加 60 mL 水溶解;称取 5.0 g 碘化钾,加 10 mL 水溶解,把两种溶液混合在一起,加水至 100 mL,混匀即可。

A.7.2 分析步骤

称取约 0.20 g 样品,精确至 0.01 g,加 5 mL 水溶解,加入 1 mL 盐酸溶液(A.7.1.1)和 2 滴碘化汞钾试液(A.7.1.2),放置 1 min,无浑浊,即为通过试验。

A.8 碱度的测定

A.8.1 试剂和材料

A.8.1.1 盐酸溶液:0.1 mol/L。

A.8.1.2 酚酞指示液 10 g/L。

A.8.2 分析步骤

称取约 1.0 g 样品(精确至 0.01 g),加 20 mL 无二氧化碳的水溶解,立即加入 1 mL 盐酸溶液(A.8.1.1)和 0.05 mL 酚酞指示液(A.8.1.2),5 s 内没有粉色产生,即为通过试验。

A.9 干燥减量的测定

称取 2.0 g~5.0 g 样品(精确至 0.000 1 g),以下操作同 GB 5009.3—2016 第一法。

A.10 氯化物的测定

A.10.1 试剂和材料

A.10.1.1 硝酸。

A.10.1.2 盐酸标准滴定溶液:0.001 4 mol/L。

A.10.1.3 硝酸溶液:取硝酸(A.10.1.1)105 mL,加水稀释至 1 000 mL,摇匀。

A.10.1.4 硝酸银溶液:0.1 mol/L。

A.10.2 分析步骤

称取约 2.5 g 试样(精确至 0.000 1 g)到 50 mL 的容量瓶中,加 30 mL 煮沸后冷却的水溶解,并定容至刻度,作为待测液。

取 5 mL 待测液,加入 10 mL 煮沸后的水,加 6 mL 硝酸溶液(A.10.1.3),混匀,将混匀后的溶液倒入装有 1 mL 硝酸银溶液(A.10.1.4)的比色管中,摇匀,作为试样溶液。另取 1 mL 盐酸标准滴定溶液(A.10.1.2),加入 14 mL 煮沸后的水,加 6 mL 硝酸溶液(A.10.1.3),混匀,将混匀后的溶液倒入装有 1 mL 硝酸银溶液(A.10.1.4)的比色管中,摇匀,作为对照溶液。避光放置 5 min 后,从比色管上方比较两者浊度,试样溶液浊度不深于对照溶液,即试样中氯化物含量不大于 200 mg/kg。

A.11 β -丙氨酸的测定

A.11.1 试剂和材料

A.11.1.1 β -丙氨酸对照品:质量分数 $\geq 99.0\%$ 。

A.11.1.2 乙醇溶液:体积分数 65%。

A.11.1.3 茚三酮试液:取 2 g 茚三酮溶于乙醇溶液(A.11.1.2)并定容至 100 mL。

A.11.2 仪器和设备

恒温干燥箱。

A.11.3 分析步骤

精确称取样品,加水溶解并定量稀释制成每 1 mL 中含 40 mg 的溶液,作为供试品溶液;另取 β -丙氨酸对照品(A.11.1.1),精确称取,加水溶解并定量稀释制成每 1 mL 中含 0.2 mg 的溶液,作为对照品溶液。吸取上述溶液各 5 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,用乙醇水溶液为展开剂,展开,晾干,喷以茚三酮试液,在 110 $^{\circ}$ C 干燥 10 min,立即检视。供试品溶液如显与对照品溶液主斑点相应的杂质斑点,其颜色与对照品溶液的主斑点比较,不得更深。即试样中 β -丙氨酸含量不大于 0.5%。

附录 B
D-泛酸钙标准品的红外光谱图

D-泛酸钙标准品的红外光谱图见图 B.1。

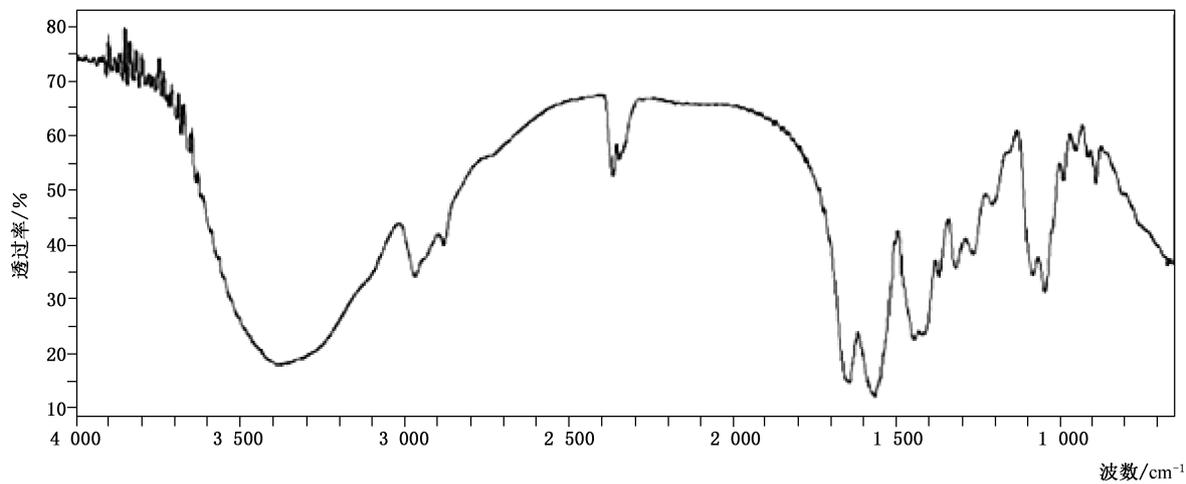


图 B.1 D-泛酸钙标准品的红外光谱图

附录 C
色谱图

C.1 系统适用性溶液的液相参考色谱图见图 C.1。

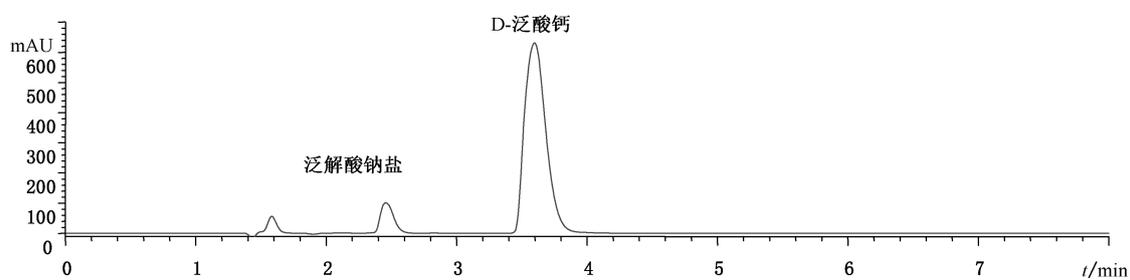


图 C.1 系统适用性溶液的液相参考色谱图

C.2 D-泛酸钙液相参考色谱图见图 C.2。

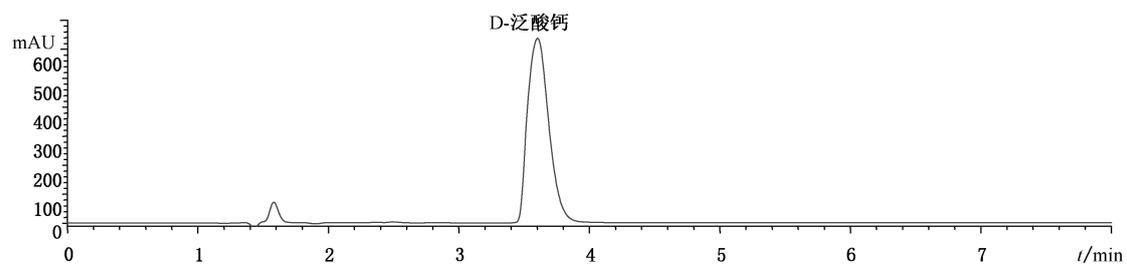


图 C.2 D-泛酸钙液相参考色谱图