



中华人民共和国国家标准

GB 1886.69—2016

食品安全国家标准

食品添加剂 天门冬酰苯丙氨酸甲酯 乙酰磺胺酸

2016-08-31 发布

2017-01-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

食品安全国家标准

食品添加剂 天门冬酰苯丙氨酸甲酯 乙酰磺胺酸

1 范围

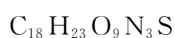
本标准适用于以天门冬酰苯丙氨酸甲酯和乙酰磺胺酸盐为原料,经反应、离心、干燥等步骤加工制得的食品添加剂天门冬酰苯丙氨酸甲酯乙酰磺胺酸。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

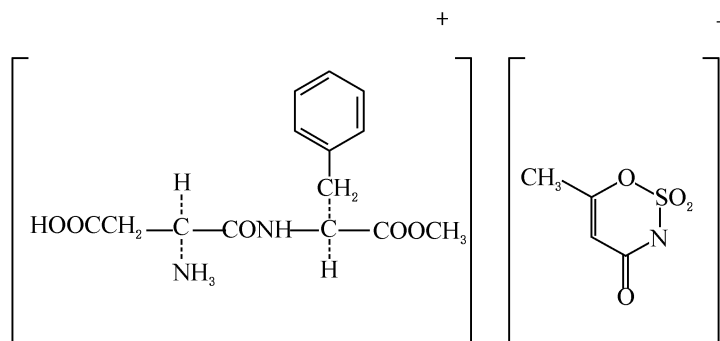
2.1 化学名称

[2-羧基-β-(N-(b-甲氧羰基-2-苯基)乙基氨基甲酰基)]乙胺正离子-6-甲基-4-氧代-1,2,3-噁噻嗪-3-负离子化物-2,2-二氧化物

2.2 分子式



2.3 结构式



2.4 相对分子质量

457.46(按 2007 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	取适量试样置于清洁、干燥的玻璃皿中,在自然光线下,观察其色泽和状态,嗅其气味
状态	结晶性粉末	
气味	无味	

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
含量(以干基计), $w/\%$ 乙酰磺胺酸 天门冬酰苯丙氨酸甲酯	34.0~37.0 63.0~66.0	附录 A 中 A.4
干燥失重, $w/\%$	\leq 0.5	GB 5009.3 直接干燥法 ^a
比旋光度 α_m (20 °C, D)	+14.5~+16.5	附录 A 中 A.5
钾, $w/\%$	\leq 0.5	附录 A 中 A.6
5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸, $w/\%$	\leq 0.5	附录 A 中 A.7
其他相关物质, $w/\%$	\leq 1.0	附录 A 中 A.7
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq 1.0	GB 5009.12
^a 干燥温度为 105 °C,干燥时间为 4 h。		

附录 A

检验方法

A.1 警示

试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况,操作者应采取适当的安全和防护措施。

A.2 一般规定

本标准所使用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的二级水。试验中所使用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602 和 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

试样在溴化钾分散剂下,在红外吸收光谱中呈现的最大波数与天门冬酰苯丙氨酸甲酯乙酰磺胺酸的标准品相同,标准品红外光谱图见图 A.1。

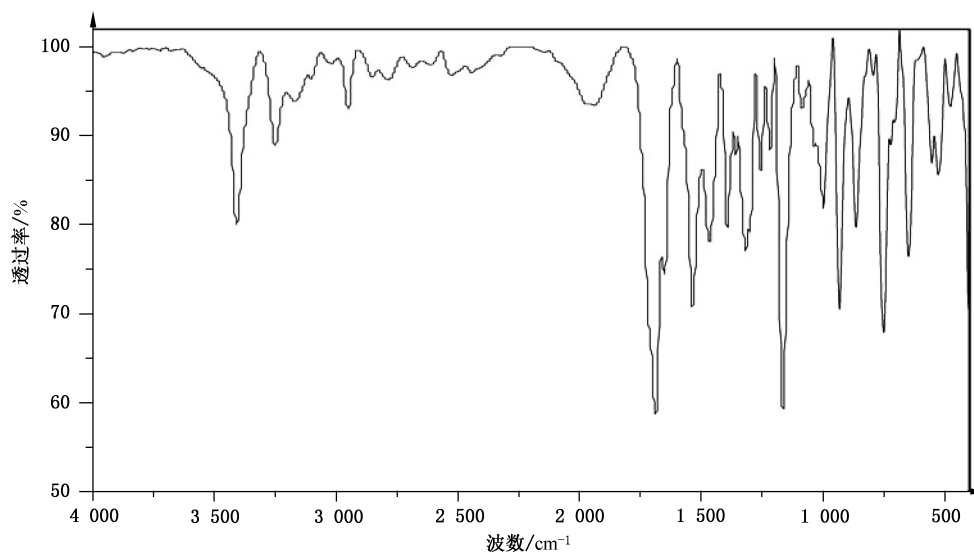


图 A.1 天门冬酰苯丙氨酸甲酯乙酰磺胺酸标准品红外光谱图

A.4 含量(以干基计)的测定

A.4.1 滴定法

A.4.1.1 试剂和材料

A.4.1.1.1 苯甲酸:纯度 $\geq 99\%$ 。

A.4.1.1.2 乙醇。

A.4.1.1.3 *N,N*-二甲基甲酰胺。

A.4.1.1.4 百里酚蓝甲醇溶液:称取 0.30 g 百里酚蓝于烧杯中,用甲醇溶解并稀释至 100 mL。

A.4.1.1.5 四丁基氢氧化铵甲醇溶液:0.1 mol/L。

四丁基氢氧化铵甲醇溶液(0.1 mol/L)的标定:量取 10 mL *N,N*-二甲基甲酰胺于锥形瓶中,加入 0.05 mL 百里酚蓝甲醇溶液,用 0.1 mol/L 四丁基氢氧化铵甲醇溶液滴定直至纯蓝色产生。立即加入 0.2 g(精确到 0.001 g)苯甲酸,搅拌,蓝色消失,在氮气保护下用 0.1 mol/L 四丁基氢氧化铵甲醇溶液滴定直至纯蓝色产生。记录第二次滴定所消耗的滴定液体积(V)。

四丁基氢氧化铵甲醇溶液的浓度 c_1 ,以摩尔每升(mol/L)计,按式(A.1)计算:

$$c_1 = \frac{m \times 1\,000}{V \times M_1} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

m —— 苯甲酸的质量,单位为克(g);

1 000 —— 换算系数;

V —— 第二次滴定所消耗的四丁基氢氧化铵甲醇溶液的体积,单位为毫升(mL);

M_1 —— 苯甲酸的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), [$M_1(C_7H_6O_2) = 122.12$]。

A.4.1.2 仪器和设备

pH 计或电位滴定仪。

A.4.1.3 分析步骤

称取约 0.1 g~0.15 g 试样,精确至 0.001 g。置于 200 mL 烧杯中,用 50 mL 乙醇溶解,在氮气保护下,用 0.1 mol/L 四丁基氢氧化铵甲醇溶液滴定,用 pH 计或电位滴定仪测定电位值,记录第一突跃点和第二突跃点的滴定体积(V_1, V_2),同时量取 50 mL 乙醇进行空白滴定,记录体积(V_0)。

A.4.1.4 结果计算

乙酰磺胺酸的质量分数 w_1 ,按式(A.2)计算:

$$w_1 = \frac{V_1 \times c_1 \times M_2}{m_1 \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

V_1 —— 试样中第一突跃点所消耗四丁基氢氧化铵甲醇溶液的体积,单位为毫升(mL);

c_1 —— 四丁基氢氧化铵甲醇溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M_2 —— 乙酰磺胺酸的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), [$M_2(C_4H_5NO_4S) = 163.15$];

m_1 —— 试样的质量,单位为克(g);

1 000 —— 换算系数。

天门冬酰苯丙氨酸甲酯的质量分数 w_2 ,按式(A.3)计算:

$$w_2 = \frac{(V_2 - V_1 - V_0) \times c_1 \times M_3}{m_1 \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

V_2 —— 试样中第二突跃点所消耗四丁基氢氧化铵甲醇溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_1 —— 试样中第一突跃点所消耗四丁基氢氧化铵甲醇溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 —— 空白所消耗四丁基氢氧化铵甲醇溶液的体积,单位为毫升(mL);

c_1 —— 四丁基氢氧化铵甲醇溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M_3 ——天门冬酰苯丙氨酸甲酯的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), [$M_3(C_{14}H_{18}N_2O_5) = 294.31$];

m_1 ——试样的质量,单位为克(g);

1 000——换算系数。

A.4.2 高效液相色谱法

A.4.2.1 试剂和材料

A.4.2.1.1 乙酰磺胺酸:纯度 $\geq 99.0\%$ 。

A.4.2.1.2 天门冬酰苯丙氨酸甲酯:纯度 $\geq 99.0\%$ 。

A.4.2.1.3 磷酸钾溶液:称取 5.6 g 磷酸钾,加入 820 mL 水,用磷酸调节 pH=4.3,加入 180 mL 甲醇,混匀,过 0.45 μm 滤膜,脱气备用。

A.4.2.1.4 甲醇溶液:1+9。

A.4.2.2 仪器和设备

高效液相色谱仪:配有紫外检测器。

A.4.2.3 分析步骤

A.4.2.3.1 标准溶液制备

A.4.2.3.1.1 乙酰磺胺酸标准储备溶液:1 000 mg/L,精确称取 0.100 g 乙酰磺胺酸标准品,用甲醇溶液定容到 100 mL,混匀备用。

A.4.2.3.1.2 天门冬酰苯丙氨酸甲酯标准储备溶液:1 000 mg/L,精确称取 0.100 g 天门冬酰苯丙氨酸甲酯标准品,用甲醇溶液定容至 100 mL,混匀备用。

A.4.2.3.1.3 乙酰磺胺酸和天门冬酰苯丙氨酸甲酯混合标准溶液:100.0 mg/L,分别吸取乙酰磺胺酸和天门冬酰苯丙氨酸甲酯标准储备溶液 10.0 mL 至 100 mL 容量瓶,用甲醇溶液定容,混匀备用。

A.4.2.3.1.4 乙酰磺胺酸和天门冬酰苯丙氨酸甲酯混合标准系列溶液:分别移取乙酰磺胺酸和天门冬酰苯丙氨酸甲酯标准混合标准溶液 1.0 mL、2.5 mL、5.0 mL、7.5 mL、10.0 mL 至 10 mL 容量瓶,用甲醇溶液定容,混匀,即得 10.0 mg/L、25.0 mg/L、50.0 mg/L、75.0 mg/L、100.0 mg/L 混合标准系列溶液。

A.4.2.3.2 试样溶液制备

称取约 0.1 g 试样,精确至 0.001 g。置于 100 mL 烧杯中,用少量甲醇溶液溶解。移入 100 mL 容量瓶中,用甲醇溶液稀释至刻度,摇匀。精密量取 1.0 mL 上述溶液,用甲醇溶液定容至 10 mL,供液相色谱仪测定,本试样溶液需现配现测。

A.4.2.3.3 色谱参考条件

色谱柱: C_{18} 柱,250 mm \times 4.6 mm,5 μm ,或是同等分离效果的色谱柱。

流动相:磷酸钾溶液。

检测波长:210 nm。

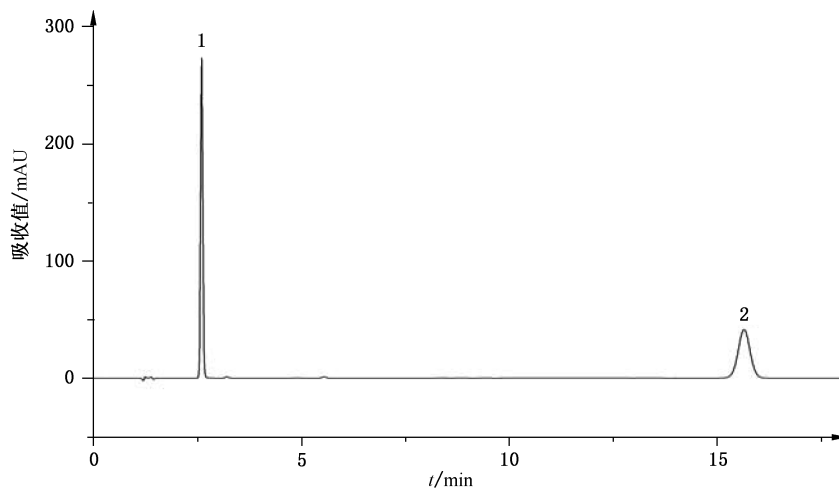
柱温:40 $^{\circ}\text{C}$ 。

流速:2.0 mL/min

A.4.2.3.4 测定

分别吸取混合标准系列溶液和试样溶液各 10 μL 进行液相色谱测定,根据标准工作曲线计算试样

中乙酰磺胺酸和天门冬酰苯丙氨酸甲酯的含量。乙酰磺胺酸和天门冬酰苯丙氨酸甲酯混合标准溶液的液相色谱图见图 A.2,天门冬酰苯丙氨酸甲酯乙酰磺胺酸试样溶液的液相色谱图见图 A.3。

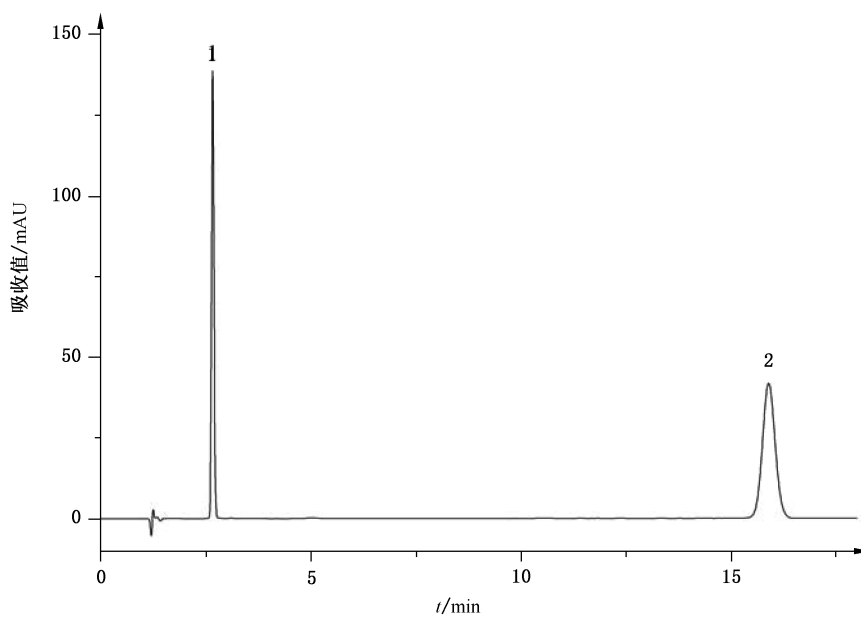


说明:

1——乙酰磺胺酸;

2——天门冬酰苯丙氨酸甲酯。

图 A.2 乙酰磺胺酸和天门冬酰苯丙氨酸甲酯混合标准溶液的液相色谱图



说明:

1——乙酰磺胺酸;

2——天门冬酰苯丙氨酸甲酯。

图 A.3 天门冬酰苯丙氨酸甲酯乙酰磺胺酸试样溶液的液相色谱图

A.4.2.4 结果计算

试样中乙酰磺胺酸或天门冬酰苯丙氨酸甲酯的质量分数 w_3 ,按式(A.4)计算:

$$w_3 = \frac{c_2 \times V_3 \times f}{m_2 \times 1\,000 \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

c_2 ——从标准工作曲线得到的乙酰磺胺酸或天门冬酰苯丙氨酸甲酯溶液的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V_3 ——试样溶液的定容体积,单位为毫升(mL);

f ——试样溶液的稀释倍数;

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

1 000——换算系数。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准,结果保留三位有效数字。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值与算术平均值的比值不大于5.0%。

A.5 比旋光度 $\alpha_m(20\text{ }^\circ\text{C}, D)$ 的测定

A.5.1 试剂和材料

甲酸溶液:15 mol/L。

A.5.2 仪器和设备

旋光仪。

A.5.3 分析步骤

称取6.200 g试样,用甲酸溶液溶解并稀释至100 mL。在30 min内恒温到20 °C,按GB/T 613规定的方法用旋光仪进行测定,获得天门冬酰苯丙氨酸甲酯的比旋光度。

A.5.4 结果计算

试样中天门冬酰苯丙氨酸甲酯乙酰磺胺酸比旋光度 $\alpha_m(20\text{ }^\circ\text{C}, D)$,按式(A.5)计算:

$$\alpha_m(20\text{ }^\circ\text{C}, D) = \frac{\alpha_1}{0.646} \dots\dots\dots (A.5)$$

式中:

α_1 ——试样中测得天门冬酰苯丙氨酸甲酯的比旋光度;

0.646——天门冬酰苯丙氨酸甲酯换算成天门冬酰苯丙氨酸甲酯乙酰磺胺酸的系数。

A.6 钾的测定

A.6.1 试剂和材料

A.6.1.1 氯化钾:标准物质,使用前在105 °C干燥2 h。

A.6.1.2 盐酸:优级纯。

A.6.1.3 氯化钠溶液:200 g/L。

A.6.2 仪器和设备

原子吸收光谱仪。

A.6.3 分析步骤

A.6.3.1 标准溶液制备

A.6.3.1.1 钾标准储备溶液:100 mg/L,准确称取0.190 7 g氯化钾,用水溶解于1 000 mL容量瓶,并稀

释至刻度,混匀。

A.6.3.1.2 钾标准溶液:10.0 mg/L,取钾标准储备溶液 10.00 mL 至 100 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,混匀。

A.6.3.1.3 钾标准系列溶液:分别取 2.50 mL、5.00 mL、10.0 mL、15.0 mL、20.0 mL 钾标准溶液(A.6.3.1.2)至 100 mL 容量瓶中,加 2.0 mL 氯化钠溶液,1.0 mL 盐酸,然后用水稀释至刻度。即得浓度分别为0.25 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L、1.5 mg/L、2.0 mg/L 的钾标准系列溶液。

A.6.3.2 试样溶液制备

称取约 3 g 试样,精确 0.001 g。置于烧杯中,用水溶解,转移至 500 mL 容量瓶,稀释至刻度。移取 10.00 mL 试样溶液至 100 mL 容量瓶,加入氯化钠溶液 2.0 mL,盐酸 1.0 mL,用水稀释至刻度,混匀。

A.6.3.3 测定

使用配有钾空心阴极灯和空气乙炔火焰的原子吸收光谱仪,在 766.5 nm 钾发射谱线下,调节仪器达最佳测定条件,分别测定标准系列溶液和试样溶液及空白的吸收值。用钾标准溶液的吸光值和浓度绘制标准工作曲线。

A.6.4 结果计算

钾的质量分数 w_4 ,按式(A.6)计算:

$$w_4 = \frac{(c_3 - c_0) \times V_4 \times f}{m_3 \times 1\,000 \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.6)$$

式中:

c_3 ——测定用试样溶液中钾的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

c_0 ——测定用空白溶液中钾的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V_4 ——试样的定容体积,单位为毫升(mL);

f ——试样溶液的稀释倍数;

m_3 ——试样的质量,单位为克(g);

1 000——换算系数。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准,结果保留两位有效数字。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值与算术平均值的比值不大于 10%。

A.7 5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸和其他相关物质的测定

A.7.1 试剂和材料

A.7.1.1 5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸:纯度 99.5%。

A.7.1.2 甲醇:色谱纯。

A.7.1.3 磷酸钾溶液:称取 5.6 g 磷酸钾,加入 820 mL 水,用磷酸调节 pH=4.3,加入 180 mL 甲醇,混匀,过 0.45 μ m 滤膜,脱气备用。

A.7.1.4 甲醇溶液:1+9。

A.7.2 仪器和设备

高效液相色谱仪:配有紫外检测器。

A.7.3 分析步骤

A.7.3.1 标准溶液制备

A.7.3.1.1 5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸标准溶液:0.25 mg/mL,精确称取 0.025 g 5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸,加入 10 mL 甲醇,用水稀释到 100 mL。

A.7.3.1.2 5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸标准使用溶液:0.075 mg/mL,吸取 0.25 mg/mL 5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸标准溶液 15 mL 于 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶液稀释至刻度,混匀备用。

A.7.3.1.3 其他相关物质标准溶液:取 A.7.3.2 中试样溶液 1.5 mL 于 100 mL 容量瓶,用甲醇溶液稀释至刻度,混匀。

A.7.3.2 试样制备

称取约 0.05 g 试样,准确至 0.000 1 g,用甲醇溶液溶解,转移至 10 mL 容量瓶中,稀释至刻度,现用现配。

A.7.3.3 色谱参考条件

色谱柱: C_{18} 柱,250 mm \times 4.6 mm,5 μ m,或是同等分离效果的色谱柱。

流动相:磷酸钾溶液。

检测波长:210 nm。

柱温:40 $^{\circ}$ C。

流速:2.0 mL/min。

A.7.3.4 测定

吸取 5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸标准溶液、其他相关物质标准溶液和试样溶液各 20 μ L 进行液相色谱分析,并分别记录其他相关物质标准溶液和试样溶液中天门冬酰苯丙氨酸甲酯出峰时间两倍的色谱图(约 30 min)。5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸标准溶液的液相色谱图见图 A.4。

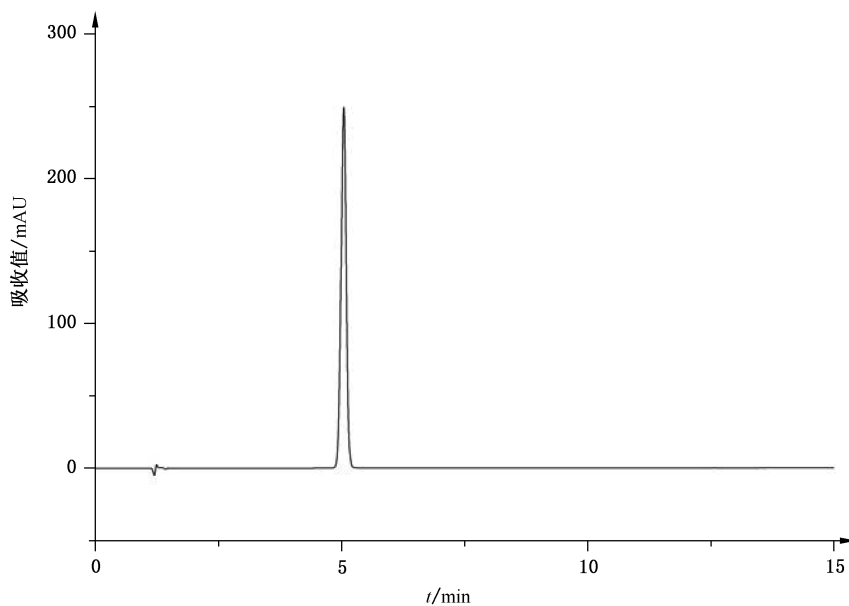


图 A.4 5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸标准溶液的液相色谱图

A.7.4 结果计算

试样中 5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸的质量分数 w_5 ,按式(A.7)计算:

$$w_5 = \frac{A_1 \times c_4 \times V_5}{A \times m_4 \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.7)$$

式中:

A_1 ——测定用试样溶液中 5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸的峰面积;

c_4 ——5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸标准溶液的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_5 ——试样的定容体积,单位为毫升(mL);

A ——5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸标准溶液的峰面积;

m_4 ——试样的质量,单位为克(g);

1 000 ——换算系数。

试样中其他相关物质的质量分数 w_6 ,按式(A.8)计算:

$$w_6 = \frac{A_2}{A_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.8)$$

式中:

A_2 ——测定用试样溶液中除 5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸、乙酰磺胺酸和天门冬酰苯丙氨酸甲酯外的其他二级峰的峰面积和;

A_3 ——其他相关物质标准溶液中天门冬酰苯丙氨酸甲酯的峰面积。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准,结果保留两位有效数字。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值与算术平均值的比值不大于 10%。