

中华人民共和国国家标准

GB 25543 — 2010

食品安全国家标准 食品添加剂 L-丙氨酸

2010-12-21 发布 2011-02-21 实施

前 言

本标准的附录 A 为规范性附录。

食品安全国家标准 食品添加剂 L-丙氨酸

1 范围

本标准适用于以 L-天门冬氨酸为原料, 经酶法生产制得的食品添加剂 L-丙氨酸。

2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本标准。

3 分子式、结构式和相对分子质量

3.1 分子式

 $C_3H_7NO_2$

3.2 结构式

3.3 相对分子质量

89.09 (按2007年国际相对原子质量)

4 技术要求

4.1 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		取适量实验室样品,置于清洁、干燥的白瓷盘中,在	
组织状态	结晶或结晶性粉末	自然光线下,目视观察,嗅其气味。	

4.2 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
L-丙氨酸(以干基计), w/%		98.5~101.5	附录 A 中 A.4
干燥减量,w/%	\leq	0.20	附录 A 中 A.5
pH (50g/L 水溶液)		5.7~6.7	附录 A 中 A.6
砷(As)/(mg/kg)	\leq	1	附录 A 中 A.7
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	//	10	附录 A 中 A.8
灼烧残渣,w/%	\mathbb{W}	0.20	附录 A 中 A.9
比旋光度 α _m (20℃,D)/[(°)·dm²·kg⁻¹]		+13.5~+15.5	附录 A 中 A.10

附录A

(规范性附录) 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

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和GB/T6682-2008中规定的三级水。

试验方法中所用标准滴定溶液、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 之规定制备。

A.3 鉴别试验

- A. 3. 1 试剂和材料
- A. 3. 1. 1 高锰酸钾。
- A. 3. 1. 2 茚满三酮溶液: 20g/L。称取 20.0g 茚满三酮,溶于水,稀释至 1000mL。
- A. 3. 1. 3 硫酸溶液: 1+30。
- A. 3. 2 分析步骤

A. 3. 2. 1 茚满三酮试验

称取约 1g 实验室样品,精确至 0.1g,溶于 1000mL 水中,取此溶液 5mL,加 1mL 茚满三酮溶液,加热至沸,约 3min 后显紫色。

A. 3. 2. 2 氧化试验

称取约 0.2g 实验室样品,溶于 10mL 硫酸溶液,加入 0.1g 高锰酸钾,煮沸,有强烈的刺激臭味 乙醛产生。

A. 4 L-丙氨酸含量的测定

A. 4.1 方法提要

试样以甲酸为助溶剂,冰乙酸为溶剂,以结晶紫为指示剂,用高氯酸标准滴定溶液滴定,根据消耗高氯酸标准滴定溶液的体积计算L-丙氨酸的含量。

- A. 4. 2 试剂和材料
- A. 4. 2. 1 冰乙酸。
- A. 4. 2. 2 无水甲酸。
- A. 4. 2. 3 高氯酸标准滴定溶液: c(HClO₄)=0.1 mol/L。
- A. 4. 2. 4 结晶紫指示液: 2g/L。
- A. 4. 3 分析步骤
- A. 4. 3. 1 称取约 0.2g A.5 中的干燥物 A,精确至 0.0001g,置于 250mL 干燥的锥形瓶中,加 3mL 无水甲酸溶解,加 50mL 冰乙酸,加 2 滴结晶紫指示液,用高氯酸标准滴定溶液滴定至溶液由蓝色变成蓝绿色为终点。

A. 4. 3. 2 在测定的同时, 按与测定相同的步骤, 对不加试料而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

A. 4. 4 结果计算

L-丙氨酸 $(C_3H_7NO_2)$ 的质量分数 w_1 ,数值以%表示,按公式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_2)cM}{m \times 1000} \times 100 \%$$
 (A.1)

式中:

 V_1 ——试料消耗高氯酸标准滴定溶液(A.4.2.3)体积的数值,单位为毫升(mL);

 V_2 ——空白消耗高氯酸标准滴定溶液(A.4.2.3)体积的数值,单位为毫升(mL);

c——高氯酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m——试料质量的数值,单位为克(g);

M——L-丙氨酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)(M = 89.09)。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于0.3%。

A. 5 干燥减量的测定

按 GB/T6284 进行。测定时,称取 $1g\sim 2g$ 实验室样品,精确至 0.0001g。取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.03%。保留部分干燥物(此为干燥物 A)用作 L-丙氨酸含量的测定。

A. 6 pH的测定

按GB/T 9724进行。测定时,称取约5g实验室样品,精确至0.01g,加约20mL无二氧化碳的水溶解并稀释至100mL后进行测定。

A.7 砷的测定

按GB/T 5009.76砷斑法进行。测定时称取约1g实验室样品,精确至0.01g。限量标准液的配制:用移液管移取1.00mL砷的限量标准液(含砷0.001mg),与试样同时同样处理。

A.8 重金属的测定

A. 8. 1 试剂和材料

A. 8. 1. 1 硫代乙酰胺溶液: 称取硫代乙酰胺约 4g, 精确至 0.1g,溶解于 100mL 水中,置于冰箱保存。临用前取此液 1.0mL 加入预先由氢氧化钠溶液(40g/L)15mL、水 5mL 和甘油 20mL 组成的混合液 5mL,置于水浴上加热 20s,冷却立即使用。

A. 8. 1. 2 无二氧化碳水。

A. 8. 1. 3 乙酸铵缓冲溶液,pH=3.5: 称取25.0g醋酸铵,溶于25mL水中,加45mL 6mol/L的盐酸,用稀盐酸或稀氨水调节pH=3.5后,用水稀释至100mL。

A. 8. 1. 4 铅(Pb)标准溶液: 1μg/mL。此溶液临用前制备。

A. 8. 2 分析步骤

称取约 10 g 实验室样品,精确至 0.01g, 用约 60mL 无二氧化碳水溶解并稀释至 100mL, 为样

品溶液。吸取样品溶液 12mL,置于 25mL 具塞比色管中,即为 A 管。吸取 10mL 铅标准溶液和 2mL 样品溶液置于 25mL 具塞比色管中,摇匀,即为 B 管(标准)。吸取 10mL 无二氧化碳水和 2mL 样品溶液置 25mL 具塞比色管中,摇匀,即为 C 管(空白)。在 A、B、C 管中,各加入 2mL 乙酸铵缓冲溶液,摇匀,分别滴加 1.2mL 硫代乙酰铵溶液,迅速搅拌混合。

相对于C管,B管显现了淡棕色。2min后,A管的颜色不应深于B管。

A. 9 灼烧残渣的测定

A. 9.1 试剂和材料

A. 9. 1. 1 硫酸。

A. 9. 1. 2 硫酸溶液: 1+8。

A. 9. 2 分析步骤

称取约2g~3g实验室样品,精确至0.0001g,置于在800℃ ± 25℃灼烧至质量恒定的瓷坩埚中,加入适量的硫酸溶液将样品完全浸湿。用温火加热,至样品完全炭化,冷却。加约0.5mL硫酸浸湿残渣,用上述方法加热至硫酸蒸汽逸尽。在800℃ ± 25℃灼烧45min。放入干燥器中冷却至室温,称量。

A. 9. 3 结果计算

灼烧残渣的质量分数w2,数值以%表示,按公式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1}{m} \times 100\%$$
 (A.2)

式中:

m——试料质量的数值,单位为克(g);

 m_1 ——残渣质量的数值,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于0.02%。

A. 10 比旋光度的测定

A. 10. 1 称取 10g 实验室样品,精确至 0.0001g,加盐酸溶液(1+1)溶解,转移至 100mL 容量瓶中并用盐酸溶液(1+1)稀释至刻度,摇匀。

比旋光度 $\alpha_n(20^{\circ}C,D)$ 数值以 (°)·dm²·kg⁻¹表示,按公式(A.3)计算:

$$a_{\rm m}$$
 (20°C, D) = $\frac{\alpha}{l \rho_{\alpha}}$ (A.3)

式中:

 α —— 测得的旋光角,单位为度(°);

1 — 旋光管的长度,单位为分米(dm);

 ρ_{α} 一 溶液中有效组分的质量浓度, 单位为克每毫升(g/mL)。

A. 10. 2 其他按 GB/T 613 进行。