



中华人民共和国国家标准

GB 1903.60—2023

食品安全国家标准

食品营养强化剂 L-肉碱酒石酸盐

2023-09-06 发布

2024-03-06 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

前 言

本标准代替 GB 25550—2010《食品安全国家标准 食品添加剂 L-肉碱酒石酸盐》。

本标准的附录 A 和附录 B 为规范性附录。

本标准与 GB 25550—2010 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 食品营养强化剂 L-肉碱酒石酸盐”;
- 修改了 L-肉碱的鉴别试验;
- 增加了酒石酸的鉴别试验;
- 修改了 L-肉碱和酒石酸的检测方法,增加了电位滴定方法;
- 删除了重金属指标,增加了铅指标及其检验方法;
- 修改了总砷的检测方法。

食品安全国家标准

食品营养强化剂 L-肉碱酒石酸盐

1 范围

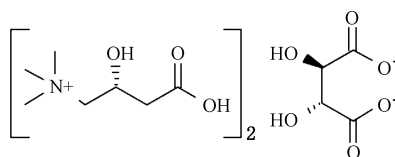
本标准适用于以食品营养强化剂 L-肉碱和食品添加剂酒石酸为主要原料反应生成的食品营养强化剂 L-肉碱酒石酸盐。

2 化学名称、结构式、分子式和相对分子质量

2.1 化学名称

(R)-双[(3-羧基-2-羟丙基)三甲胺基]-L-酒石酸盐

2.2 结构式



2.3 分子式

$C_{18}H_{36}N_2O_{12}$

2.4 相对分子质量

472.49(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	取适量试样样品,置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下观察其色泽和状态
状态	结晶性粉末	

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
L-肉碱(以干基计), $\omega/\%$	67.2~69.2	附录 A 中 A.3
酒石酸(以干基计), $\omega/\%$	30.8~32.8	附录 A 中 A.4
干燥减量, $\omega/\%$	≤ 0.5	附录 A 中 A.5
灼烧残渣, $\omega/\%$	≤ 0.5	附录 A 中 A.6
pH(100 g/L 水溶液)	3.0~4.5	附录 A 中 A.7
比旋光度 $\alpha_m(20\text{ }^\circ\text{C}, D)/ [(\text{ }^\circ) \cdot \text{m}^2 \cdot \text{kg}^{-1}]$	-11.0~ -9.5	附录 A 中 A.8
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 1.0	GB 5009.76 或 GB 5009.11
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 2.0	GB 5009.75 或 GB 5009.12

附录 A 检验方法

警告：本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.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 规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、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 L-肉碱的鉴别试验(化学法)

A.2.1.1 试剂和材料

A.2.1.1.1 盐酸(HCl)。

A.2.1.1.2 氢氧化钾(KOH)。

A.2.1.1.3 高锰酸钾(KMnO₄)。

A.2.1.1.4 硫氰酸铬铵(C₄H₁₀CrN₇S₄·H₂O)。

A.2.1.1.5 石蕊试纸。

A.2.1.1.6 盐酸溶液：1 mol/L。取 8.3 mL 盐酸，用水稀释至 100 mL。

A.2.1.1.7 硫氰酸铬铵试液：5.0 g/L。取 0.5 g 硫氰酸铬铵，用水溶解至 100 mL。

A.2.1.2 分析步骤

A.2.1.2.1 称取试样约 0.1 g，加水 4 mL，振摇使溶解，加 1 mol/L 盐酸溶液 1 mL，摇匀，加硫氰酸铬铵试液 2 滴，应生成紫红色沉淀。

A.2.1.2.2 称取试样约 0.5 g，加 5 mL 水溶解，加氢氧化钾 2 g、高锰酸钾数粒，加热时放出氨(能使湿润的红色石蕊试纸变蓝)。

A.2.2 酒石酸盐的鉴别试验(化学法)

A.2.2.1 试剂和材料

A.2.2.1.1 硫酸(H₂SO₄)。

A.2.2.1.2 盐酸(HCl)。

A.2.2.1.3 冰乙酸(CH₃COOH)。

A.2.2.1.4 过氧化氢(H₂O₂)。

A.2.2.1.5 氢氧化钠(NaOH)。

A.2.2.1.6 硫酸亚铁(FeSO₄)。

A.2.2.1.7 间苯二酚(C₆H₆O₂)。

A.2.2.1.8 溴化钾(KBr)。

A.2.2.1.9 盐酸溶液：0.24 mol/L。取 2 mL 浓盐酸，用水稀释至 100 mL。

A.2.2.1.10 乙酸溶液：取 1 mL 冰乙酸，用水稀释至 4 mL。

A.2.2.1.11 过氧化氢溶液：取 10 mL 30% 过氧化氢，用水稀释至 100 mL。

A.2.2.1.12 氢氧化钠溶液:40 g/L。取 4 g 氢氧化钠,用水溶解至 100 mL。

A.2.2.1.13 硫酸亚铁溶液:80 g/L。取 8 g 硫酸亚铁,用水溶解至 100 mL。

A.2.2.1.14 间苯二酚溶液:20 g/L。取 2 g 间苯二酚,用水溶解至 100 mL。

A.2.2.1.15 溴化钾溶液:100 g/L。取 10 g 溴化钾,用水溶解至 100 mL。

A.2.2.2 分析步骤

A.2.2.2.1 称取试样约 5.0 g,用少量水溶解,用氢氧化钠溶液或者盐酸溶液调 pH 至中性,加水定容到 100 mL,为试样溶液 A。

A.2.2.2.2 加 2 滴乙酸溶液于试样溶液 A 中,再依次加 1 滴硫酸亚铁溶液、2 滴~3 滴过氧化氢及过量氢氧化钠溶液后,L-肉碱酒石酸盐溶液为无色澄清溶液。

A.2.2.2.3 在预先加有 2 滴~3 滴间苯二酚及 2 滴~3 滴溴化钾溶液的 5 mL 硫酸中加入 2 滴~3 滴试样溶液 A,溶液颜色先缓慢变为橘黄色,于水浴上加热 5 min~10 min 后,L-肉碱酒石酸盐溶液颜色变为蓝色。冷却后倒入 100 mL 水中,L-肉碱酒石酸盐溶液为红色。

A.2.3 L-肉碱酒石酸盐的鉴别(红外光谱法)

采用红外光谱溴化钾压片法,分别取试样和对照品 1 mg~2 mg 及溴化钾,溴化钾:样品=100:1,分别混合研磨均匀,放入压片机中压片。将压片放入红外光谱仪中得到红外谱图。其谱图应与附录 B 中图 B.1 一致。

A.3 L-肉碱含量的测定

A.3.1 结晶紫指示剂法(第一法)

A.3.1.1 原理

试样以冰乙酸为溶剂,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-肉碱的含量。

A.3.1.2 试剂和材料

A.3.1.2.1 冰乙酸(CH_3COOH)。

A.3.1.2.2 结晶紫($\text{C}_{25}\text{H}_{30}\text{ClN}_3$)。

A.3.1.2.3 高氯酸标准滴定溶液: $c(\text{HClO}_4)=0.1\text{ mol/L}$ 。

A.3.1.2.4 结晶紫指示液:5 g/L。取 0.5 g 结晶紫,用冰乙酸定容至 100 mL。

A.3.1.3 仪器和设备

电子天平:感量为 0.000 1 g。

A.3.1.4 分析步骤

A.3.1.4.1 称取干燥试样 0.1 g,精确至 0.000 1 g,加冰乙酸 20 mL 溶解,加 1 滴结晶紫指示液,用高氯酸标准滴定溶液滴定至溶液显纯蓝色。

A.3.1.4.2 在测定的同时,按相同的步骤对不加试样而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

A.3.2 电位滴定仪法(第二法)

A.3.2.1 方法提要

试样以冰乙酸为溶剂,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-肉

碱的含量。

A.3.2.2 试剂和材料

A.3.2.2.1 冰乙酸(CH₃COOH)。

A.3.2.2.2 高氯酸标准滴定溶液： $c(\text{HClO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.3.2.3 仪器和设备

A.3.2.3.1 电位滴定仪：配置玻璃电极。

A.3.2.3.2 电子天平：感量为 0.000 1 g。

A.3.2.4 分析步骤

A.3.2.4.1 称取干燥试样 0.1 g，精确至 0.000 1 g，加 20 mL 冰乙酸溶解，用高氯酸标准滴定溶液进行电位滴定。

A.3.2.4.2 在测定的同时，按相同的步骤对不加试样而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

A.3.3 结果计算

L-肉碱(C₇H₁₅NO₃，以干基计)的质量分数 w_1 按式(A.1)计算。

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_2) \times c_1 \times M}{m \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中

V_1 ——试样消耗高氯酸标准滴定溶液(A.3.1.4.1 或 A.3.2.4.1)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体积的数值，单位为毫升(mL)；

c_1 ——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 ——L-肉碱的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M=161.2$)；

m ——干燥试样的质量数值，单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 0.5 %，结果保留 3 位有效数字。

A.4 酒石酸的测定

A.4.1 酚酞指示剂法(第一法)

A.4.1.1 原理

以酚酞为指示剂，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定干燥试样的水溶液，根据氢氧化钠标准滴定溶液的用量计算酒石酸的含量。

A.4.1.2 试剂和材料

A.4.1.2.1 乙醇(CH₃CH₂OH)。

A.4.1.2.2 酚酞(C₂₀H₁₄O₄)。

A.4.1.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.4.1.2.4 酚酞指示液：10 g/L。取 1.0 g 酚酞，用乙醇定容至 100 mL。

A.4.1.3 仪器和设备

电子天平：感量为 0.000 1 g。

A.4.1.4 分析步骤

A.4.1.4.1 称取干燥试样 0.3 g,精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加入新煮沸并冷却的水 50 mL 使试样溶解,加 2 滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由无色变为粉红色。

A.4.1.4.2 在测定的同时,按相同的步骤对不加试样而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

A.4.2 电位滴定仪法(第二法)

A.4.2.1 原理

用氢氧化钠标准滴定溶液滴定干燥试样的水溶液,根据氢氧化钠标准滴定溶液的用量计算酒石酸的含量。

A.4.2.2 试剂和材料

A.4.2.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.4.2.3 仪器和设备

A.4.2.3.1 电位滴定仪:配置玻璃电极。

A.4.2.3.2 电子天平:感量为 0.000 1 g。

A.4.2.4 分析步骤

A.4.2.4.1 称取干燥试样 0.3 g,精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加入新煮沸并冷却的水 50 mL 使试样溶解,用氢氧化钠标准滴定溶液进行电位滴定。

A.4.2.4.2 在测定的同时,按相同的步骤对不加试样而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

A.4.3 结果计算

酒石酸($\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6$,以干基计)的质量分数 w_2 按式(A.2)计算。

$$w_2 = \frac{(V_4 - V_3) \times c_2 \times M}{m \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

式中:

V_4 ——试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液(A.4.1.4.1 或 A.4.2.4.1)体积的数值,单位为毫升(mL);

V_3 ——空白消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c_2 ——氢氧化钠滴定液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——酒石酸的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=75.04$);

m ——干燥试样质量的数值,单位为克(g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 0.5%,结果保留 3 位有效数字。

A.5 干燥减量的测定

A.5.1 仪器和设备

A.5.1.1 电子天平:感量为 0.000 1 g。

A.5.1.2 干燥箱:温度可保持在 $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

A.5.1.3 干燥器:内盛适当干燥剂。

A.5.1.4 称量瓶:扁形带盖,容量加入试样后,试样厚度小于 5 mm。

A.5.2 分析步骤

按 GB/T 6284 进行。测定时,称取 1 g~2 g 实验室样品,精确至 0.000 1 g,干燥温度为 105 °C ± 2 °C,干燥 5 h 至恒重。

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这 2 个测定值的算术平均值的 20%,结果保留 2 位有效数字。

A.6 灼烧残渣的测定

A.6.1 仪器和设备

A.6.1.1 电子天平:感量为 0.000 1 g。

A.6.1.2 高温炉:温度可保持在 750 °C ± 50 °C。

A.6.1.3 坩埚或蒸发皿。

A.6.2 试剂和材料

浓硫酸。

A.6.3 分析步骤

按 GB/T 9741 进行。测定时,称取 2 g 实验室样品,精确至 0.000 1 g,灼烧温度为(750 ± 50) °C。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。2 次平行测定结果的绝对差值不大于这 2 个测定值的算术平均值的 20%,结果保留 2 位有效数字。

A.7 pH 的测定

按 GB/T 9724 进行。测定时,称取干燥试样约 10 g,精确至 0.000 1 g,加约 20 mL 无二氧化碳的水溶解并稀释至 100 mL 后用 pH 计进行测定。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。2 次平行测定结果的绝对差值不大于 10%,结果保留 2 位有效数字。

A.8 比旋光度的测定

取适量干燥试样,精确至 0.000 1 g,用水溶解并定量稀释制成每毫升中约含 100 mg 的溶液,按 GB/T 613 进行测定。比旋光度 $\alpha_m(20\text{ °C}, D)$ 数值以“(°) · m² · kg⁻¹”表示,按式(A.3)计算,结果保留 3 位有效数字。

$$\alpha_m(20\text{ °C}, D) = \frac{100\alpha}{l\rho_a} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

α ——测得的旋光角,单位为度(°);

l ——旋光管的长度,单位为分米(dm);

ρ_a ——溶液中有效组分的质量浓度,单位为克每毫升(g/mL)。

附录 B
L-肉碱酒石酸盐红外标准谱图

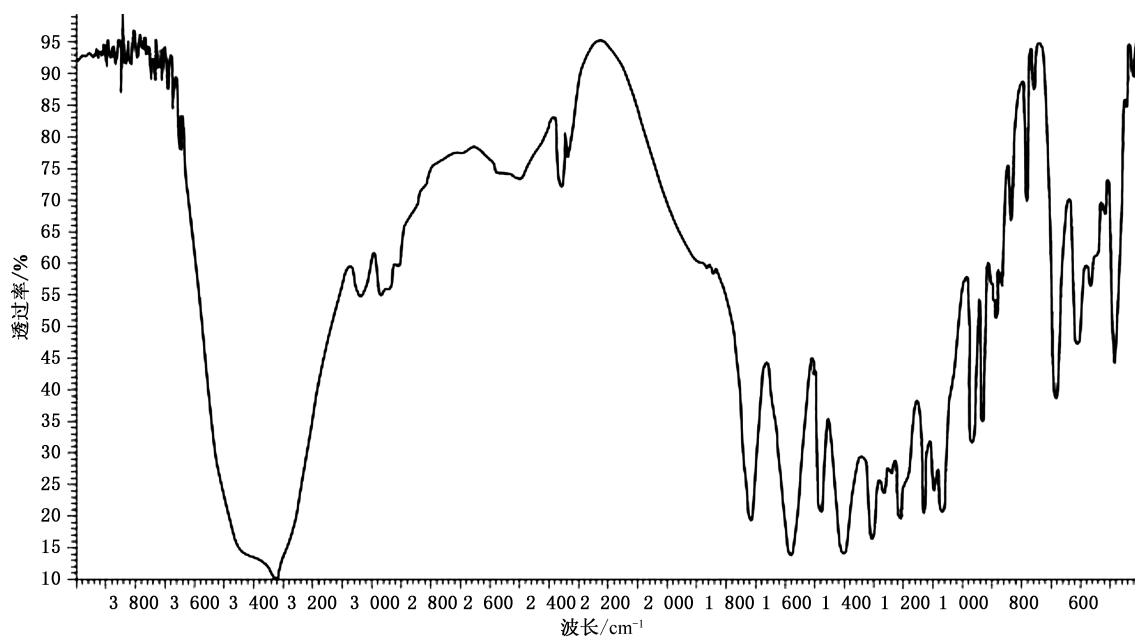


图 B.1 L-肉碱酒石酸盐红外标准谱图