



中华人民共和国国家标准

GB 1886.344—2021

食品安全国家标准 食品添加剂 DL-丙氨酸

2021-02-22 发布

2021-08-22 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

食品添加剂 DL-丙氨酸

1 范围

本标准适用于以 L-丙氨酸为原料,经酶法消旋、提取、精制制得的食品添加剂 DL-丙氨酸。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

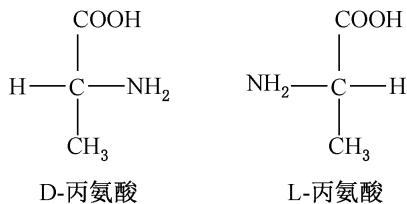
2.1 化学名称

D-2-氨基丙酸、L-2-氨基丙酸

2.2 分子式

C₃H₇NO₂

2.3 结构式



2.4 相对分子质量

89.09(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	
状 态	结 晶 或 结 晶 性 粉 末	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下观察其色泽和状态,嗅其气味
气 味	无 异 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
DL-丙氨酸含量(以干基计), <i>w</i> /%	98.5~101.5	附录 A 中 A.3
干燥减量, <i>w</i> /%	≤ 0.3	附录 A 中 A.4
pH(50 g/L 水溶液)	5.5~7.0	附录 A 中 A.5
透光率/%	≥ 98	附录 A 中 A.6
比旋光度 $\alpha_m(20\text{ }^{\circ}\text{C}, D)/(^{\circ}) \cdot dm^2 \cdot kg^{-1}$	-0.2~+ 0.2	附录 A 中 A.7
氯化物(以 Cl 计), <i>w</i> /%	≤ 0.02	附录 A 中 A.8
灼烧残渣, <i>w</i> /%	≤ 0.2	附录 A 中 A.9
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 3.0	GB 5009.75 或 GB 5009.12
砷(As)/(mg/kg)	≤ 1.0	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 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

茚三酮溶液:称取 0.1 g 茚三酮,用水溶解并定容至 100 mL。

A.2.2 茚三酮试验

称取约 0.1 g 试样,精确至 0.01 g,溶于 100 mL 水中,取此溶液 5 mL,加 2 mL 茚三酮溶液,加热至沸一段时间后显紫色。

A.2.3 红外光谱试验

采用溴化钾涂片法,按照 GB/T 6040 测定红外吸收光谱,测得的红外光谱应与 DL-丙氨酸标准品谱图(见附录 B)一致。

A.3 DL-丙氨酸含量(以干基计)的测定

A.3.1 方法提要

试样以无水甲酸为助溶剂,冰乙酸为溶剂,结晶紫作为指示剂,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 DL-丙氨酸的含量。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 无水甲酸。

A.3.2.2 冰乙酸。

A.3.2.3 高氯酸标准滴定溶液: $c(\text{HClO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.3.2.4 结晶紫指示液:5 g/L。

A.3.3 仪器和设备

自动电位滴定仪或酸度计:以玻璃电极为指示电极,饱和甘汞电极为参比电极(或采用复合电极),并备有磁力搅拌器和滴定装置。

A.3.4 分析步骤

A.3.4.1 称取预先在 105 °C 干燥至恒重的试样约 0.2 g,精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 干燥的锥形瓶

中,加无水甲酸 3 mL 和冰乙酸 50 mL 溶解。用高氯酸标准滴定溶液滴定,用电位滴定仪滴定至终点。或选用指示剂,加结晶紫指示液 2 滴,溶液由蓝色变成绿色为滴定终点。

A.3.4.2 在测定的同时,按与测定相同的步骤,对不加试样而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

A.3.5 结果计算

DL-丙氨酸含量(以干基计)的质量分数 w_1 按式(A.1)计算。

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

式中:

V_1 ——试样溶液消耗高氯酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白溶液消耗高氯酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——高氯酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——DL-丙氨酸的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)($M=89.09$);

m ——试样的质量,单位为克(g);

1 000 ——体积换算系数。

若滴定试样时高氯酸标准滴定液的温度与标定时的温度差别超过 10 °C,则应重新标定;若未超过 10 °C,则应根据式(A.2)校正高氯酸标准滴定溶液的浓度 c ,单位为摩尔每升(mol/L)。

$$c = \frac{c_0}{1 + 0.0011 \times (T - T_0)} \quad \text{.....(A.2)}$$

式中:

c_0 ——高氯酸标准滴定溶液标定时的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

0.0011 ——冰乙酸的膨胀系数;

T ——高氯酸标准滴定溶液滴定试样时的实际温度,单位为摄氏度(°C);

T_0 ——高氯酸标准滴定溶液标定时的温度,单位为摄氏度(°C)。

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两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 0.3%。

A.4 干燥减量的测定

A.4.1 仪器和设备

A.4.1.1 电热干燥箱。

A.4.1.2 称量瓶。

A.4.1.3 干燥器。

A.4.2 分析步骤

用烘干至恒重的称量瓶称取试样 1 g~2 g,精确至 0.000 1 g,置于 105 °C ± 2 °C 电热干燥箱中,烘干 3 h,取出,加盖,放入干燥器中,冷却至室温(约 30 min),称量。

A.4.3 结果计算

试样中干燥减量的质量分数 w_2 按式(A.3)计算。

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100\% \quad \text{.....(A.3)}$$

式中:

m_1 ——干燥前称量瓶加试样的质量,单位为克(g);
 m_2 ——干燥后称量瓶加试样的质量,单位为克(g);
 m_0 ——称量瓶的质量,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两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 10%。

A.5 pH 的测定(50 g/L 水溶液)

A.5.1 试剂和材料

磷酸盐标准缓冲溶液(pH 6.86):称取预先于 120 ℃ 烘干 2 h 的磷酸二氢钾(KH_2PO_4)3.40 g 和磷酸氢二钠(Na_2HPO_4)3.55 g,加入不含二氧化碳的水溶解并定容至 1 000 mL,摇匀。

A.5.2 仪器和设备

pH 计(酸度计):精度±0.02 pH。

A.5.3 分析步骤

A.5.3.1 pH 计校准

用磷酸盐标准缓冲液(或采用同等的标准缓冲溶液),在 25 ℃ 下,校正 pH 计的 pH 为 6.86,定位,用水冲洗电极。

A.5.3.2 样品溶液制备

称取试样 5 g,精确至 0.01 g,置于烧杯中,加入去二氧化碳水溶解并定容至 100 mL,摇匀。用样品溶液洗涤电极,然后将电极插入试样液中,调整 pH 计温度补偿旋钮至 25 ℃,测定试样液的 pH。重复操作,直至 pH 读数稳定 1 min,记录。

A.5.3.3 结果记录

测定结果准确至小数点后第一位。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两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.05。

A.6 透光率的测定

A.6.1 仪器和设备

分光光度计。

A.6.2 分析步骤

称取试样 10 g,精确至 0.01 g,置于 100 mL 烧杯中,加入 70 mL 水溶解,移入 100 mL 容量瓶中并定容至刻度,摇匀;用 1 cm 比色皿,以水为空白对照,在波长 430 nm 下测定试样溶液的透光率,记录读数。

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两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 0.2%。

A.7 比旋光度的测定

A.7.1 试剂和材料

盐酸溶液；1+1。

A.7.2 仪器和设备

旋光仪：备有钠光灯（钠光谱 D 线 589.3 nm），精度 $\pm 0.01^\circ$ 。

A.7.3 分析步骤

称取 105 ℃ 干燥至恒重的试样 10 g, 精确至 0.0001 g, 置于 100 mL 容量瓶中, 加盐酸溶液溶解并定容, 摆匀。调节溶液的温度至 20 ℃。用上述试样溶液洗涤旋光管 3 次, 在旋光管中加入试样溶液(不得有气泡), 观察并测定旋光度。

A.7.4 结果计算

比旋光度 α_m (20 °C, D), 单位为(°) · dm² · kg⁻¹, 按式(A.4)计算。

式中：

α ——在 20 °C 时测得的旋光度, 单位为度(°);

l ——旋光管的长度,单位为分米(dm);

c — 溶液中 DL-丙氨酸的质量浓度, 单位为克每毫升(g/mL);

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两次独立测定结果的绝对差值不大于 0.02。

A.8 氯化物(以 Cl 计)的测定

A.8.1 试剂和材料

A.8.1.1 硝酸溶液:1+9。

A.8.1.2 硝酸银溶液: 17 g/L。

A.8.1.3 氯化物标准溶液:称取 0.33 g 于 500 ℃~600 ℃灼烧至恒重的氯化钠,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

A.8.2 仪器和设备

纳氏比色管。

A.8.3 分析步骤

A.8.3.1 试样溶液的制备

称取 1.0 g 试样于纳氏比色管中, 加水约至 20 mL, 溶解, 摆匀。

A.8.3.2 对照溶液的制备

移取 1.00 mL 氯化物标准溶液于纳氏比色管中, 加水约至 20 mL, 摆匀。

A.8.3.3 测定

在试样溶液管与对照溶液管中分别加入硝酸溶液和硝酸银标准溶液各 1 mL, 加水至 25 mL, 摆匀, 在暗处放置 5 min, 同置黑色背景上, 从比色管上方向下观察所产生的浑浊。

A.8.4 结果判定

试样溶液的浑浊度浅于对照溶液，即为氯化物含量小于等于 0.02%。

A.9 灼烧残渣的测定

A.9.1 试剂和材料

A.9.1.1 浓硫酸。

A.9.1.2 硫酸溶液:1+8。

A.9.2 仪器和设备

A.9.2.1 铂(或瓷)坩埚。

A.9.2.2 高温炉。

A.9.2.3 干燥器。

A.9.3 分析步骤

称取试样约 2 g, 精确至 0.000 1 g, 置于 800 ℃ ± 25 ℃ 灼烧至恒重后的坩埚中, 缓慢滴加硫酸溶液 1 mL, 使试样完全湿润。先在电炉上以小火加热至试样刚开始炭化, 取下冷却。再滴加 0.5 mL 浓硫酸, 用上述方法加热至硫酸蒸汽逸尽, 然后移入 800 ℃ ± 25 ℃ 高温炉中, 灼烧 45 min。待炉温降至 200 ℃ 时, 取出加盖, 放入干燥器中冷却 30 min, 称量。

A.9.4 结果计算

试样中灼烧残渣的质量分数 w_3 按式(A.5)计算。

式中：

m_5 ——灼烧后坩埚加样品的质量,单位为克(g);

m_3 ——坩埚的质量,单位为克(g);

m_4 —— 坩埚和试样的质量, 单位为克(g)。

计算结果保留至小数点后第一位。

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两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 10%。

附录 B
DL-丙氨酸标准品的参考红外光谱图

DL-丙氨酸标准品的参考红外光谱图见图 B.1。

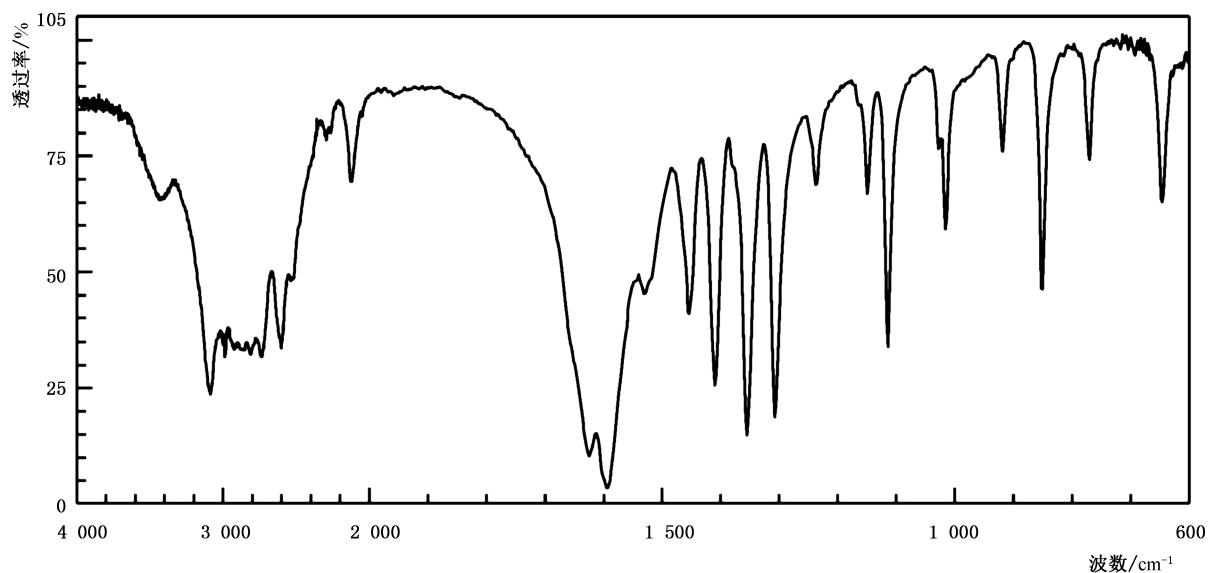


图 B.1 DL-丙氨酸标准品的参考红外光谱图