

中华人民共和国国家标准

GB 25550—××××

食品安全国家标准

食品营养强化剂 L-肉碱酒石酸盐

(征求意见稿)

20××-××-××发布

20××-××-××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；
- 修改了重金属指标；
- 修改了总砷和铅的检测方法；
- 部分检验方法的引用标准调整为最新发布版本。

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

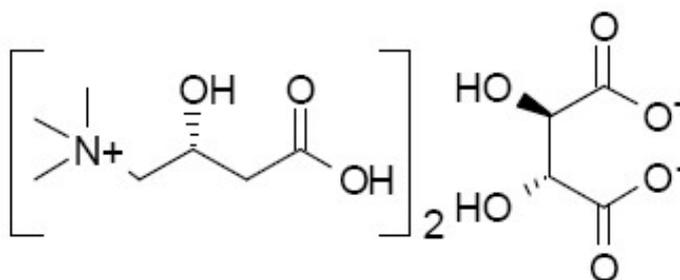
本标准适用于以食品营养强化剂 L-肉碱和食品添加剂酒石酸为主要原料反应生成的食品营养强化剂 L-肉碱酒石酸盐。

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

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

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），w/%	67.2~69.2	附录 A 中 A.4
酒石酸（以干基计），w/%	30.8~32.8	附录 A 中 A.5
干燥减量，w/% ≤	0.5	附录 A 中 A.6
灼烧残渣，w/% ≤	0.5	附录 A 中 A.7
pH（100g/L 水溶液）	3.0~4.5	附录 A 中 A.8
比旋光度 $[\alpha]_{\text{D}}^{20}/(^{\circ})\cdot\text{dm}^2\cdot\text{kg}^{-1}$	-11.0 ~-9.5	附录 A 中 A.9
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

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.3 鉴别试验

A.3.1 L-肉碱的鉴别试验

A.3.1.1 试剂和材料

A.3.1.1.1 氢氧化钾。

A.3.1.1.2 高锰酸钾。

A.3.1.1.3 石蕊试纸。

A.3.1.1.4 盐酸溶液:1 mol/L。

A.3.1.1.5 硫氰酸铬铵试液:5 g/L。

A.3.1.2 分析步骤

A.3.1.2.1 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，即生成紫红色沉淀。

A.3.1.2.2 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.3.2 酒石酸盐的鉴别试验

A.3.2.1 试剂和材料

A.3.2.1.1 浓硫酸。

A.3.2.1.2 氢氧化钠溶液: 40 g/L。

A.3.2.1.3 盐酸溶液: 2 mL浓盐酸用水稀释至100 mL。

A.3.2.1.4 乙酸溶液: 1 mL乙酸用水稀释至4 mL。

A.3.2.1.5 硫酸亚铁溶液: 80 g/L。

A.3.2.1.6 过氧化氢溶液: 1 mL过氧化氢用水稀释至10 mL。

A.3.2.1.7 间苯二酚溶液: 20 g/L。

A.3.2.1.8 溴化钾溶液: 100 g/L。

A.3.2.2 分析步骤

A.3.2.2.1 称取试样约 5.0 g，用少量水溶解，氢氧化钠溶液或者盐酸溶液调pH至中性，加水定容到100mL，为试样溶液A。

A.3.2.2.2 加2滴乙酸溶液于试样溶液A中，再依此加1滴硫酸亚铁溶液，2~3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.3.2.2.3 在预先加有2~3滴间苯二酚及2~3滴溴化钾溶液的5 mL硫酸中加入2~3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.3.3 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,将片子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 L-肉碱酒石酸盐红外标准谱图一致。

A.4 L-肉碱含量的测定

A.4.1 结晶紫指示剂法(第一法)

A.4.1.1 方法提要

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.4.1.2 试剂和材料

A.4.1.2.1 冰乙酸。

A.4.1.2.2 高氯酸标准滴定溶液: $c(\text{HClO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.4.1.2.3 结晶紫指示液:5 g/L。

A.4.1.3 分析步骤

A.4.1.3.1 称取干燥试样0.1 g,精确至0.0001 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.4.1.3.2 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.4.2 电位滴定仪法(第二法)

A.4.2.1 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.4.2.2 试剂和材料

A.4.2.2.1 冰乙酸。

A.4.2.2.2 高氯酸标准滴定溶液: $c(\text{HClO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

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.4.2.4 分析步骤

A.4.2.4.1 称取干燥试样0.1 g,精确至0.0001 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.4.2.4.2 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.4.3 结果计算

L-肉碱($\text{C}_7\text{H}_{15}\text{NO}_3$,以干基计)的质量分数 W_1 ,数值以%表示,按式(A.1)计算:

$$W_1 = \frac{(V_1 - V_2) \times c_1 \times M}{m \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中

V_1 ——试样消耗高氯酸标准滴定溶液(A.4.1.3.1 或 A4.2.4.1)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 ——干燥试样的质量数值,单位为克(g);

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

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0.5%。

A.5 酒石酸的测定

A.5.1 酚酞指示剂法（第一法）

A.5.1.1 方法提要

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.5.1.2 试剂和材料

A.5.1.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$ 。

A.5.1.2.2 酚酞指示液：10 g/L。

A.5.1.3 分析步骤

A.5.1.3.1 称取干燥试样0.3 g，精确至0.0001 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.5.1.3.2 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.5.2 电位滴定仪法（第二法）

A.5.2.1 方法提要

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.5.2.2 试剂和材料

A.5.2.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$ 。

A.5.2.3 仪器和设备

A.5.2.3.1 电位滴定仪：配置玻璃电极。

A.5.2.4 分析步骤

A.5.2.4.1 称取干燥试样0.3 g，精确至0.0001 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.5.2.4.2 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.5.3 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 ，数值以%表示，按式(A.2)计算：

$$W_2 = \frac{(V_4 - V_3) \times c_2 \times M}{m \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

式中：

V_4 ——试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液(A.5.1.3.1 或 A5.2.4.1)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 ——干燥试样质量的数值，单位为克(g)；

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

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0.5%。

A.6 干燥减量的测定

按 GB/T6284 进行。测定时，称取 1 g~2 g 实验室样品，精确至 0.0001 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这两个测定值的算术平均值的20%。

A.7 灼烧残渣的测定

按 GB/T 9741 进行。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。两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 20 %。

A.8 pH 的测定

按 GB/T 9724 进行。测定时，称取干燥试样约 5 g，精确至 0.0001 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。两次平行测定结果的绝对差值不大于 10 %。

A.9 比旋光度的测定

取适量干燥试样，精确至 0.0001 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 $[\alpha]_D^{20}$ 数值以“(°)·dm²·kg⁻¹”表示，按式(A.3)计算：

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha}{l \rho_\alpha} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

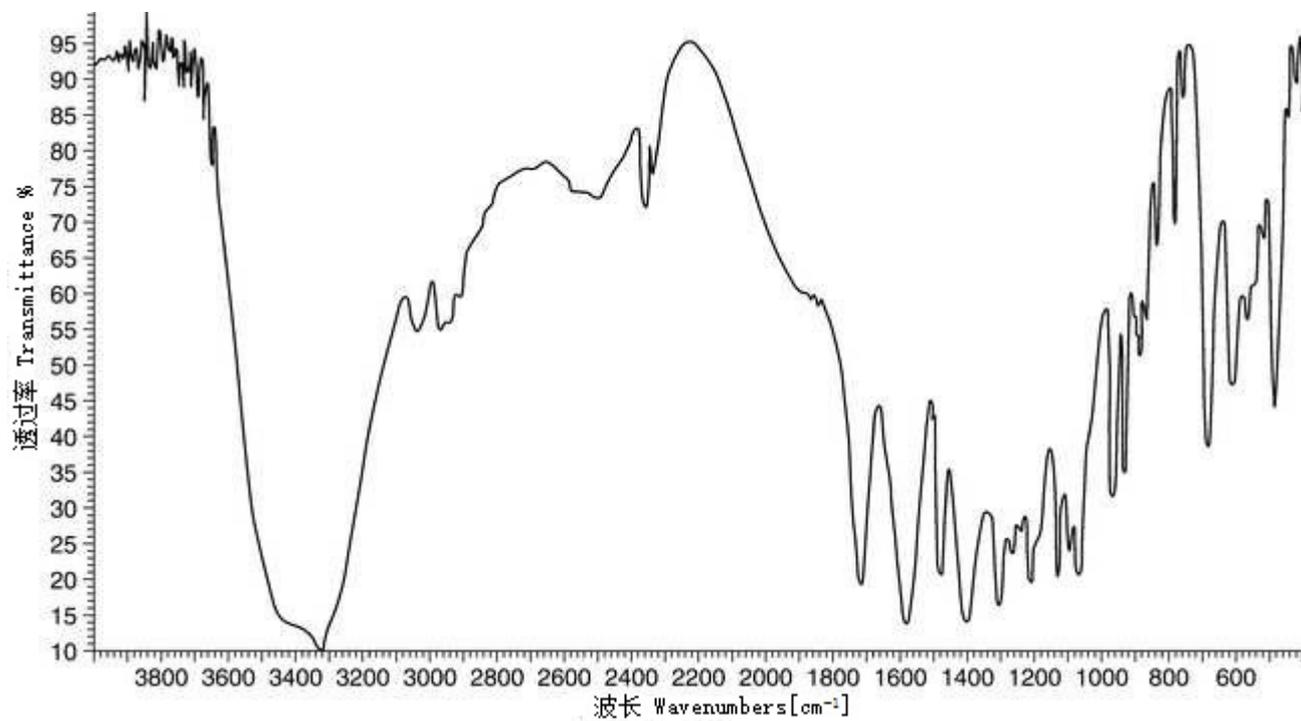
α ——测得的旋光角,单位为度(°);

l ——旋光管的长度,单位为分米(dm);

ρ_α ——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