

中华人民共和国国家标准



食品安全国家标准 食品营养强化剂 L-天冬氨酸镁

(行业征求意见稿)



××××-××-××发布

××××-××**实施**

食品安全国家标准

食品营养强化剂 L-天冬氨酸镁

1 范围

本标准适用于以淀粉质或糖质为原料,经发酵法生产;或以有机酸为原料,经酶法生产;或以发酵法或酶法生产的L-天冬氨酸为原料,与镁盐化学合成法制得的食品营养强化剂L-天冬氨酸镁。

注: L-天冬氨酸别名L-天门冬氨酸、L-门冬氨酸。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

2.1 学名称

(3S) -3-氨基-3-羧基丙酸镁、(2S) -2-氨基-4-羟基-4-氧-丁酸镁或L-氨基丁二酸镁

2.2 分子式

 $C_8H_{12}MgN_2O_8 \cdot nH_2O \ (n=0\sim2)$

2.3 结构式

$$Mg^{2+}$$
 $\begin{bmatrix}
H & NH_2 \\
OOC & OOC
\end{bmatrix}$
 $\cdot nH_2O & Mg^{2+} \\
\downarrow DOOC & OOC
\end{bmatrix}$
 $\cdot nH_2O & Mg^{2+} \\
\downarrow OOC & OOC
\end{bmatrix}$
 $\cdot nH_2O & Mg^{2+} \\
\downarrow OOC & OOC
\end{bmatrix}$
 $\cdot nH_2O & Mg^{2+} \\
\downarrow OOC & OOC
\end{bmatrix}$
 $\cdot nH_2O & Mg^{2+} \\
\downarrow OOC & OOC
\end{bmatrix}$

2.4 相对分子质量

288.50~324.53 (按2022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、干燥的白瓷盘中,在自	
状态	结晶或结晶性粉末	然光线下观察其色泽和状态	

3.2 理化指标

理化指标应符合表 2 的规定。

项 目	指 标	检验方法
含量(以C ₈ H ₁₂ MgN ₂ O ₈ 计,以干基计), w/%	98.5~102.0	附录 A 中 A.4
比旋光度 α _m (20 °C, D) /[(°) • dm ² • kg ⁻¹]	+22.0~+24.0	附录 A 中 A.5
pH (25 g/L)	6.0~8.0	GB/T 9724
澄清度	通过试验	附录 A 中 A.6
水分, w/%	≤2 ^a ; 10.0~16.0 ^b	GB/T 6283 电量直接滴定法
氯化物(以 Cl 计), w/% ≤	0.02	附录 A 中 A.7
铅(Pb)/(mg/kg)	0.3	GB 5009.12 或 GB 5009.75
总砷(以 As 计)/(mg/kg) ≤	0.2	GB 5009.11 或 GB 5009.76

a适用于无结晶水产品。

b适用于含结晶水产品。

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健康措施。

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、制剂及制品,在未注明其他要求时,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

A. 3. 1 试剂和材料

- A. 3. 1. 1 盐酸溶液: 盐酸+水=1+4。
- A. 3. 1. 2 氢氧化钠溶液: 称取氢氧化钠 8.5 g, 加水溶解并稀释至 100 mL
- A. 3. 1. 3 氨水溶液: 氨水+水=1+1。
- A. 3. 1. 4 氯化铵溶液: 称取氯化铵 10.7 g, 加水溶解并稀释至 100 mL。
- A. 3. 1. 5 磷酸氢二钠溶液: 称取磷酸氢二钠 9.0 g, 加水溶解并稀释至 100 mL。
- A. 3. 1. 6 茚三酮溶液: 称取茚三酮 1.0 g, 加水溶解并稀释至 50 mL。
- A. 3. 1. 7 天冬氨酸镁对照品: 纯度≥98.0%。
- A. 3. 1. 8 展开剂: 冰乙酸+水+正丁醇=20+20+60
- A. 3. 1. 9 硅胶 G 薄层板。

A. 3. 2 分析步骤

A. 3. 2. 1 镁离子的鉴别

取试样约0.015 g,加盐酸溶液1 mL溶解,用氢氧化钠溶液调至红色石蕊试纸变色后,加氨水溶液1 mL,可形成白色沉淀;再加入氯化铵溶液1 mL,沉淀物溶解;再加入磷酸氢二钠溶液1 mL,可形成白色结晶沉淀。

A. 3. 2. 2 薄层色谱的鉴别

A. 3. 2. 2. 1 试样溶液的制备

称取试样0.1 g, 加水溶解并稀释至50 mL。

A. 3. 2. 2. 2 对照溶液的制备

称取天冬氨酸镁对照品0.1g,加水溶解并稀释至50 mL。

A. 3. 2. 2. 3 测定

吸取试样溶液和对照溶液各5 μL,分别点于同一硅胶G薄层板上,用展开剂展开,展开距离不超过薄层板的2/3,取出晾干,喷以茚三酮溶液,105 ℃加热15 min,立即检验。

A. 3. 2. 2. 4 结果判定

试样溶液斑点的颜色、位置和大小与对照溶液斑点相似。

A. 4 含量的测定

A. 4. 1 方法提要

在碱性条件下,以铬黑T指示液为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定,滴定达到终点时溶液颜色由酒红色变为纯蓝色,根据消耗的EDTA的体积,计算以 $C_8H_{12}MgN_2O_8$ 计的含量。

A. 4. 2 试剂和材料

- A. 4. 2. 1 三乙醇胺溶液:三乙醇胺+水=100+300。
- A. 4. 2. 2 氨-氯化铵缓冲溶液: pH≈10。
- A. 4. 2. 3 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: c (EDTA) =0.05 mol/L。
- A. 4. 2. 4 铬黑 T 指示剂。

A. 4. 3 仪器和设备

- A. 4. 3. 1 滴定管。
- A. 4. 3. 2 分析天平: 感量为 0.000 1 g。

A. 4. 4 分析步骤

称取试样 0.26 g,精确至 0.000 1 g,置于锥形瓶中,加水 30 mL 溶解后,加三乙醇胺溶液 5 mL 混匀,再加氨-氯化铵缓冲溶液 10 mL 和铬黑 T 指示剂约 50 mg,用 EDTA 滴定至溶液由 酒红色变为纯蓝色即为终点。按与试样相同的测定步骤进行空白试验。

A. 4. 5 结果计算

含量(以 $C_8H_{12}MgN_2O_8$ 计,以干基计)的质量分数 ω_1 ,按式(A.1)计算。

$$\omega_1 = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times M}{m \times (1 - w) \times 1000} \times 100\% \dots$$
 (A.1)

式中:

- V_1 ——试样溶液消耗 EDTA 的体积,单位为毫升 (mL);
- V_0 ——空白溶液消耗 EDTA 的体积,单位为毫升 (mL);
- c ——EDTA 的准确浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- M ——L-天冬氨酸镁的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)(M=288.5);
- *m* ──试样质量得数值,单位为克(g);
- w ——试样干燥减量的数值,%;

1000----换算系数。

试验结果以平行测定结果的算术平均值表示。

A. 4. 6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应大于算数平均值的0.3%。

A.5 比旋光度的测定

A. 5.1 试剂和材料

盐酸溶液: 6 mol/L。

A. 5. 2 仪器和设备

- A. 5. 2. 1 旋光仪。
- A. 5. 2. 2 分析天平: 感量为 0.000 1 g。

A. 5. 3 分析步骤

称取试样适量,精确至 $0.000\,1\,\mathrm{g}$,加盐酸溶液溶解并配制成浓度为 $0.02\,\mathrm{g/mL}$ 的溶液,其他按照 GB/T 613 的规定执行。

A. 5. 4 结果计算

比旋光度以 α_m (20 °C, D) 计,数值以 (°) ·d m^2 ·k g^{-1} 表示,按公式 (A.2) 计算。

$$\alpha_{\rm m} = \frac{\alpha}{I \times \rho \times (1-w)} \tag{A.2}$$

式中:

α——试样溶液测得的旋光度的数值,单位为度(°);

l ──旋光管的长度的数值,单位为分米 (dm);

 ρ ——溶液中试样的质量浓度,单位为克每毫升 (g/mL);

w——试样干燥减量的数值,%。

A. 6 澄清度

称取试样2.5 g,加无二氧化碳的水溶解并稀释至100 mL,将该溶液置于白色背景下观察,应澄清透明。

A.7 氯化物的测定

A. 7. 1 试剂和材料

A. 7. 1. 1 硝酸溶液: 量取硝酸 105 mL, 加水稀释至 1000 mL。

A. 7. 1. 2 硝酸银溶液: 17 g/L。

A. 7. 1. 3 氯化物工作溶液(0.01 mg/mL): 称取(550 ± 50) \mathbb{C} 灼烧至恒重的氯化钠 0.165 g,精确至 0.000 1 g,加水溶解并定容至 1000 mL,作为贮备液。临用前,准确移取贮备液 10.0 mL,加水稀释并定容至 100 mL。

A. 7. 2 仪器和设备

A. 7. 2. 1 纳氏比色管: 50 mL。

A. 7. 2. 2 分析天平: 感量为 0.01 g、0.000 1 g。

A. 7. 3 分析步骤

A. 7. 3. 1 试样溶液制备

称取试样 $0.2\,g$,精确至 $0.01\,g$,置于纳氏比色管中,加水 $25\,m$ L 溶解后加硝酸溶液 $10\,m$ L,加水至约 $40\,m$ L,摇匀。

A. 7. 3. 2 对照溶液制备

准确移取氯化物工作溶液 4.0 mL,置于纳氏比色管中,加水 25 mL 溶解后加硝酸溶液 10 mL,加水至约 40 mL,摇匀。

A. 7. 3. 3 测定

在试样溶液管和对照溶液管中分别加入硝酸银溶液 1 mL,加水稀释至约 50 mL,摇匀,避光放置 5 min。将试样溶液管和对照溶液管置于同一黑色背景上,从比色管上方向下观察,比较所产生的浊度。

A. 7. 3. 4 结果判定

试样溶液的浊度不应大于对照溶液的浊度。