



# 中华人民共和国国家标准

GB ××××-201×

## 食品安全国家标准

### 食品营养强化剂 D-泛酸钙

(征求意见稿)

201×-××-××发布

201×-××-××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

## 食品营养强化剂 D-泛酸钙

### 1 范围

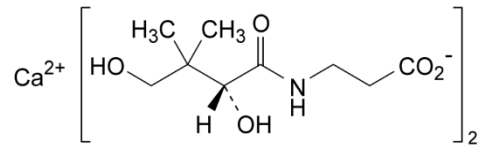
本标准适用于以  $\beta$ -氨基丙酸钙和 D-泛解酸内酯经酰化反应而得的营养强化剂 D-泛酸钙。

### 2 化学名称、结构式、分子式和相对分子质量

#### 2.1 化学名称

D-(+)-N-(2,4-二羟基-3,3-二甲基丁酰)- $\beta$ -氨基丙酸钙

#### 2.2 结构式



#### 2.3 分子式

$C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}$

#### 2.4 相对分子质量

476.54 (按 2016 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  | 取适量试样置于洁净的白瓷盘中,在自然光线下,观察其色泽和状态,并嗅其气味 |
| 状态  | 粉末  |                                      |
| 气味  | 无臭  |                                      |

#### 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     |
|---|-------------|----------|
| D-泛酸钙含量（以干基计）， w/%  | 97.0~103.0  | 附录 A. 3  |
| 钙含量（以干基计）， w/%  | 8.20~8.60   | 附录 A. 4  |
| 比旋光度， $[\alpha]_D^{20}/(^\circ) \cdot \text{dm}^2 \cdot \text{kg}^{-1}$ | +25.0~+27.5 | 附录 A. 5  |
| pH（50g/L）   | 6.8~8.0     | 附录 A. 6  |
| 生物碱试验   | 通过试验        | 附录 A. 7  |
| 碱度（50g/L）   | 通过试验        | 附录 A. 8  |
| 干燥减量， w/%   | ≤ 5.0       | 附录 A. 9  |
| 氯化物/(mg/kg)   | ≤ 200       | 附录 A. 10 |
| β-丙氨酸， w/%  | ≤ 0.5       | 附录 A. 11 |
| 铅（Pb）/(mg/kg)   | ≤ 2         | 附录 A. 12 |
| 总砷（以 As 计）/(mg/kg)  | ≤ 0.5       | 附录 A. 13 |

## 附录 A

## 检验方法

## A.1 一般规定

本标准所用试剂除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。未指明的溶液为水溶液。试验中所用标准滴定溶液和其他所需溶液，在未注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

## A.2 鉴别试验

## A.2.1 试剂和材料

- A.2.1.1 氢氧化钠溶液：43g/L。
- A.2.1.2 硫酸铜溶液：125g/L。
- A.2.1.3 酚酞指示液：10g/L。
- A.2.1.4 盐酸溶液： $c(\text{HCl})=1\text{mol/L}$ 。
- A.2.1.5 三氯化铁溶液：90g/L。
- A.2.1.6 草酸铵溶液：35g/L。
- A.2.1.7 冰乙酸。
- A.2.1.8 盐酸。
- A.2.1.9 溴化钾：光谱纯，干燥品。

## A.2.2 鉴别方法

- A.2.2.1 称取试样约 50mg，加氢氧化钠溶液 5mL，振摇，加硫酸铜溶液 2 滴，即显蓝紫色。
- A.2.2.2 称取试样约 50mg，加氢氧化钠溶液 5mL，振摇，煮沸 1min，放冷，加酚酞指示液 1 滴，加盐酸溶液至溶液褪色，再多加 0.5mL 盐酸溶液，加三氯化铁溶液 2 滴，即显鲜明的黄色。
- A.2.2.3 本品的水溶液显钙盐的鉴别反应：称取试样 0.5g，加水 5mL 溶解，加草酸铵溶液，即发生白色沉淀，沉淀不溶于冰乙酸，但溶于盐酸。
- A.2.2.4 红外鉴别：将实验室样品和溴化钾粉末置入玛瑙乳钵中研匀，装入压片模具制备样品片并进行扫描。本品的红外光吸收图谱应与对照的图谱（附录 B）一致。
- A.2.2.5 澄清度：称取约 1.00g 样品，加 20mL 水溶解，溶液呈澄清无色。
- A.2.2.6 溶解性：易溶于水和甘油，微溶于乙醇，不溶于氯仿或乙醚。

## A.3 D-泛酸钙含量（以干基计）的测定

## A.3.1 试剂和材料

- A.3.1.1 乙酸酐。
- A.3.1.2 冰乙酸。
- A.3.1.3 高氯酸标准滴定溶液： $c(\text{HClO}_4)=0.1\text{mol/L}$ 。按 GB/T 601 的规定制备、标定。

## A.3.2 仪器和设备

- A.3.2.1 全自动电位滴定仪。

## A.3.3 分析步骤

- A.3.3.1 称取试样约 0.18g~0.20g（精确至 0.0001g），加入约 50mL 冰乙酸溶解，加 3mL 乙酸酐，用高氯酸（组合的玻璃电极）标准滴定溶液滴定，采用全自动电位滴定仪测定。

- A. 3. 3. 2 若滴定试样与标定高氯酸标准滴定溶液时的温度差超过 10℃时，则应重新标定；  
 A. 3. 3. 3 若未超过 10℃，则可将高氯酸标准滴定溶液的浓度加以校正（见 GB/T 601 的修正方法）。

#### A. 3. 4 结果计算

D-泛酸钙含量（以干基计）的质量分数  $w_1$ ，按式（A. 1）计算：

$$W_1 = \frac{V_1 \times C_1 \times M}{m_1 \times 1000 \times (1 - X_3)} \times 100\% \dots\dots\dots (A. 1)$$

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）；  
 $C_1$ ——高氯酸标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；  
 $M$ ——D-泛酸钙的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）[ $M(1/2C_{18}H_{32}CaN_2O_{10}) = 238.27$ ]。  
 $X_3$ ——试样干燥失重，质量分数（%）；  
 $m_1$ ——试样质量，单位为克（g）。  
 计算结果表示至小数点后一位。

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的0.5%。

### A. 4 钙含量的测定

#### A. 4. 1 试剂和材料

- A. 4. 1. 1 氢氧化钠溶液：43g/L。  
 A. 4. 1. 2 钙紫红素指示剂：取钙紫红素 0.1g，加无水硫酸钠 10g，研磨均匀，即得。  
 A. 4. 1. 3 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液： $c=0.05\text{mol/L}$ 。

#### A. 4. 2 分析步骤

称取试样 0.5g（精确至 0.0002g）加水 100mL 溶解后，加氢氧化钠溶液 15mL 和钙紫红素指示剂约 0.1g，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定，至溶液自紫红色转变为纯蓝色。

#### A. 4. 3 计算和结果

钙含量（以干基计）的质量分数  $w_2$ ，按式（A. 2）计算：

$$W_2 = \frac{V_2 \times C_3 \times M}{m_2 \times 1000 \times (1 - X_3)} \times 100\% \dots\dots\dots (A. 2)$$

式中：

- $V_2$ ——试样溶液消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；  
 $C_3$ ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；  
 40.08——钙的摩尔质量， $M(\text{Ca}) = 40.08$ ，单位为克每摩尔（g/mol）；  
 $X_3$ ——试样干燥失重，质量分数（%）；  
 $m_2$ ——试样质量，单位为克（g）。  
 计算结果表示至小数点后一位。

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 0.6%。

### A. 5 比旋光度的测定

#### A. 5. 1 仪器和设备

- A. 5. 1. 1 旋光仪。  
 A. 5. 1. 2 旋光测定管。

#### A. 5. 2 分析步骤

称取试样约 2.5g (精确至 0.0002g), 置于 50mL 容量瓶中, 加水至刻度, 制成每 1mL 含 50mg 试样的溶液。按照 GB/T613 中规定的方法测定旋光度。

### A.5.3 计算和结果

D-泛酸钙的比旋光度  $[\alpha]_D^{20^\circ}$ , 按式 (A.3) 计算:

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

式中:

$\alpha$ ——测得的旋光角, 单位为度 ( $^\circ$ );

$l$ ——旋光管的长度, 单位为分米 (dm);

$\rho_a$ ——测定溶液中有效组成的质量浓度, 单位为克每毫升 (g/mL)。

## A.6 pH 的测定

### A.6.1 仪器和设备

#### A.6.1.1 酸度计。

### A.6.2 分析步骤

称取约 0.50g 样品, 精确至 0.01g, 加 10mL 水溶解, 用酸度计测定 pH。

## A.7 生物碱的测定

### A.7.1 试剂和材料

#### A.7.1.1 盐酸溶液 (2.7mol/L)。

A.7.1.2 碘化汞钾试液: 称取 1.358g 氯化汞 ( $\text{HgCl}_2$ ), 加 60 mL 水溶解; 称取 5.0g 碘化钾, 加 10 mL 水溶解, 把两种溶液混合在一起, 加水至 100 mL, 混匀, 即可。

### A.7.2 分析步骤

称取约 0.20g 样品, 精确至 0.01g, 加 5mL 水溶解, 加入 1mL 盐酸溶液, 2 滴碘化汞钾试液, 放置 1min, 无浑浊, 即为通过试验。

## A.8 碱度的测定

### A.8.1 试剂与材料

#### A.8.1.1 盐酸溶液: 0.1mol/L。

#### A.8.1.2 酚酞指示液 10g/L。

### A.8.2 分析步骤

称取约 1.0g 样品 (精确至 0.01g), 加 20mL 无二氧化碳的水溶解, 立即加入 1mL 盐酸溶液和 0.05mL 酚酞指示剂, 5 秒内没有粉色产生, 即为通过试验。

## A.9 干燥减量的测定

称取约 2.0~5.0 g 样品 (精确至 0.0001g), 以下操作同 GB5009.3-2016 《食品安全国家标准 食品中水分的测定》第一法进行。

## A.10 氯化物的测定

### A.10.1 试剂和材料

#### A.10.1.1 盐酸标准滴定溶液: 0.0014 mol/L。

#### A.10.1.2 硝酸溶液: 取硝酸 105 mL, 加水稀释至 1000 mL, 摇匀。

#### A.10.1.3 硝酸银溶液: 0.1 mol/L。

#### A. 10. 2分析步骤

称取约 2.5g 试样(精确至 0.0002g)到 50mL 的容量瓶中加 30mL 煮沸后冷却的水溶解,并定容至刻度,作为待测液。

取 5mL 待测液,加入 10mL 煮沸后的水,加 6mL 硝酸溶液,混匀,将混匀后的溶液倒入装有 1mL 硝酸银溶液的比色管中,摇匀,作为试样溶液。另取 1mL 盐酸标准滴定溶液,加入 14mL 煮沸后的水,加 6mL 硝酸溶液,混匀,将混匀后的溶液倒入装有 1mL 硝酸银溶液的比色管中,摇匀,作为对照溶液。避光放置 5min 后,从比色管上方比较两者浊度,试样溶液浊度不深于对照溶液,即试样中氯化物含量不大于 200mg/kg。

#### A. 11 $\beta$ -丙氨酸的测定

##### A. 11. 1 试剂和材料

A. 11. 1. 1  $\beta$ -丙氨酸对照品。

A. 11. 1. 2 乙醇溶液:(体积分数) 65%。

A. 11. 1. 3 茚三酮试液:取 2g 茚三酮溶于乙醇并定容至 100mL。

##### A. 11. 2 仪器和设备

A. 11. 2. 1 恒温干燥箱。

##### A. 11. 3 分析步骤

精确称取样品,加水溶解并定量稀释制成每 1mL 中约含 40mg 的溶液,作为供试品溶液;另取  $\beta$ -丙氨酸对照品,精确称取,加水溶解并定量稀释制成每 1mL 中约含 0.2mg 的溶液,作为对照品溶液。吸取上述溶液各 5 $\mu$ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,用乙醇水溶液为展开剂,展开,晾干,喷以茚三酮试液,在 110 $^{\circ}$ C 干燥 10 分钟,立即检视。供试品溶液如显与对照品溶液主斑点相应的杂质斑点,其颜色与对照品溶液的主斑点比较,不得更深。即试样中  $\beta$ -丙氨酸含量不大于 0.5%。

#### A. 12 铅(Pb)的测定

称取试样 10g(精确至 1mg)于烧杯中,加水溶解,转移至 50mL 容量瓶中,定容,摇匀,作为试样溶液。以下操作按 GB 5009.12 中火焰原子吸收光谱法进行。

#### A. 13 总砷(以 As 计)的测定

称取试样 0.5g(精确至 1mg)于烧杯中,加 10mL 水溶解,转移至 50mL 容量瓶中,再加入 2.5mL 盐酸,5.0mL 50g/L 硫脲溶液,用水定容至刻度,摇匀,作为试样溶液。以下操作同 GB 5009.76 中氢化物原子荧光光度法进行。

附录 B

D-泛酸钙标准的红外光谱图

D-泛酸钙的红外光谱图见图 B. 1

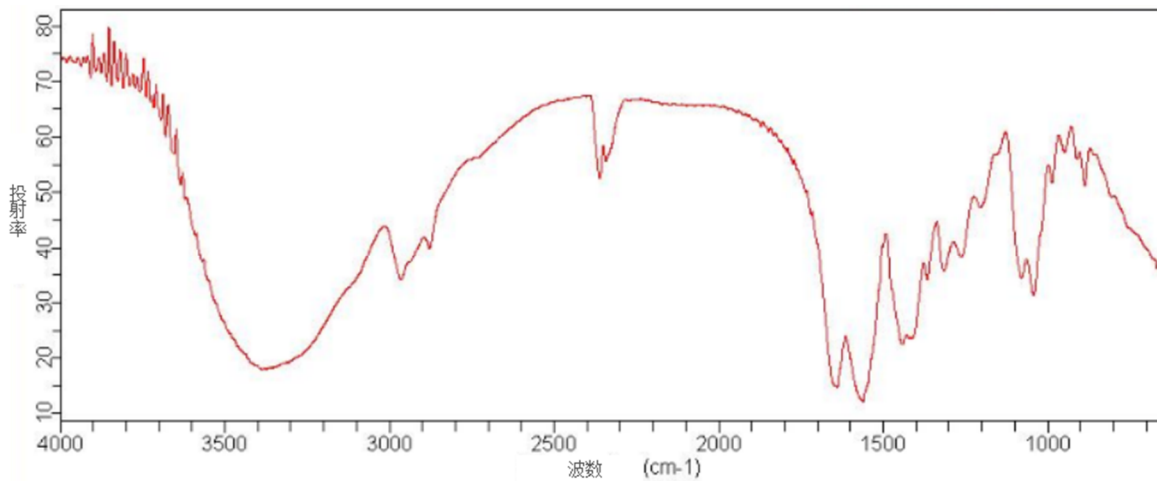


图 B. 1 D-泛酸钙的红外光谱图