

中华人民共和国国家标准

GB 1903.32—2018

食品安全国家标准

食品营养强化剂 D-泛酸钠

2018-06-21 发布

2018-12-21 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-泛酸钠

1 范围

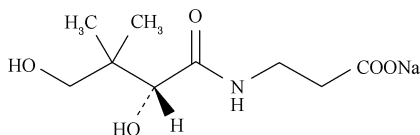
本标准适用于以泛酸钙与硫酸钠反应或以 α, γ -二羟基- β, β 丁酸二甲酯的钠盐与 β -丙氨酸缩合而得食品营养强化剂 D-泛酸钠。

2 分子式、结构式和相对分子质量

2.1 分子式



2.2 结构式



2.3 相对分子质量

241.22 (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
状态	结晶性粉末或粉末	
气味	略有酸味	

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
D-泛酸钠含量(以干基计), $\omega/\%$	97.0~103	附录 A 中 A.4
比旋光度(以干基计), $\alpha_m(20\text{ }^\circ\text{C},D)/[(^\circ)\cdot\text{dm}^2\cdot\text{kg}^{-1}]$	+25~+28.5	附录 A 中 A.5
钙	通过试验	附录 A 中 A.6
pH(20%水溶液)	9~10.5	附录 A 中 A.7
干燥减量, $\omega/\%$	\leq 5	附录 A 中 A.8
生物碱试验	通过试验	附录 A 中 A.9
硫酸盐(以 SO_4 计)/(mg/kg)	\leq 200	附录 A 中 A.10
β -丙氨酸(以干基计), $\omega/\%$	\leq 1.0	附录 A 中 A.11
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq 2	附录 A 中 A.12
砷(As)/(mg/kg)	\leq 3	附录 A 中 A.13

附录 A

检验方法

A.1 安全提示

本标准试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,按相关规定操作,使用时需小心谨慎并按相关规定操作。若溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。在使用挥发性酸时,要在通风橱中进行。

A.2 一般规定

本标准除另有规定外,所用试剂纯度应在分析纯以上,所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,应分别按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规定。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 溶解性

极易溶于水,易溶于乙醇、丙酮。

A.3.2 红外光谱

采用溴化钾压片法,按 GB/T 6040 的规定进行试验,试样的红外光谱图应与对照谱图(对照谱图见附录 B)一致。

A.3.3 呈色试验 1

A.3.3.1 试剂和材料

A.3.3.1.1 氢氧化钠。

A.3.3.1.2 硫酸铜。

A.3.3.1.3 氢氧化钠溶液:称取 4.3 g 的氢氧化钠(A.3.3.1.1),溶于水并定容至 100 mL。

A.3.3.1.4 硫酸铜溶液:称取 12.5 g 硫酸铜(A.3.3.1.2),溶于水并定容至 100 mL。

A.3.3.2 仪器和设备

天平:感量为 1 mg。

A.3.3.3 操作步骤

称取 0.05 g(精确至 1 mg)试样,加入 5 mL 氢氧化钠溶液(A.3.3.1.3)溶解,加入 1 滴硫酸铜溶液(A.3.3.1.4),摇匀,溶液应显现紫蓝色。

A.3.4 呈色试验 2

A.3.4.1 试剂和材料

A.3.4.1.1 氢氧化钠。

A.3.4.1.2 盐酸。

A.3.4.1.3 六水合氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)。

A.3.4.1.4 氢氧化钠溶液:称取 4.3 g 的氢氧化钠(A.3.4.1.1),溶于水并定容至 100 mL。

A.3.4.1.5 盐酸溶液:量取 9 mL 的盐酸(A.3.4.1.2),溶于水并定容至 100 mL。

A.3.4.1.6 氯化铁溶液:称取 9 g 六水合氯化铁(A.3.4.1.3),溶于水并定容至 100 mL。

A.3.4.1.7 酚酞指示液。

A.3.4.2 仪器和设备

天平:感量为 1 mg。

A.3.4.3 操作步骤

称取 0.05 g (精确至 1 mg)试样,加入 5 mL 氢氧化钠溶液(A.3.4.1.4),振摇,水浴加热煮沸 1 min,放冷,加 1 滴酚酞指示液(A.3.4.1.7),滴加盐酸溶液(A.3.4.1.5)至溶液褪色,加 2 滴氯化铁溶液(A.3.4.1.6),摇匀,溶液应显现深黄色。

A.3.5 钠试验

A.3.5.1 试剂和材料

A.3.5.1.1 盐酸。

A.3.5.1.2 氢氧化钾。

A.3.5.1.3 碳酸钾。

A.3.5.1.4 焦锑酸钾。

A.3.5.1.5 盐酸溶液:量取 240 mL 盐酸,用水稀释,并定容至 1 000 mL。

A.3.5.1.6 碳酸钾溶液:称取 15 g 碳酸钾,溶于水并定容至 100 mL。

A.3.5.1.7 氢氧化钾:称取 15 g 氢氧化钾,溶于水并定容至 100 mL。

A.3.5.1.8 焦锑酸钾试液:称取 2 g 焦锑酸钾,加入 85 mL 水,加热溶解后,迅速冷却,加入 15% 氢氧化钾溶液 10 mL,放置 24 h,过滤,加水稀释至 100 mL。

A.3.5.2 仪器和设备

天平:感量为 1 mg。

A.3.5.3 操作步骤

A.3.5.3.1 取铂丝,用盐酸溶液(A.3.5.1.5)湿润后,蘸取适量试样,在无色火焰中燃烧,火焰即显黄色。

A.3.5.3.2 称取 0.1 g (精确至 1 mg)试样,置于 10 mL 试管,加 2 mL 水溶解,加 2 mL 碳酸钾溶液(A.3.5.1.6),加热至沸,不得有沉淀生成,加焦锑酸钾试液(A.3.5.1.8)4 mL,加热至沸,置于冰水中冷却,必要时用玻棒摩擦试管内壁,应有致密的沉淀生成。

A.4 D-泛酸钠含量的测定

A.4.1 方法提要

采用高效液相色谱法测定, C₁₈ 色谱柱分离, 紫外检测器检测, 峰面积外标法定量计算样品中 D-泛酸钠的含量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 甲醇。

A.4.2.2 磷酸二氢钾。

A.4.2.3 磷酸。

A.4.2.4 D-泛酸钠标准品(Sodium Pantothenate, CAS:867-81-2), 纯度 $\geq 99\%$ 。

A.4.2.5 磷酸二氢钾溶液(0.05 mol/L): 称取 6.8 g 磷酸二氢钾(A.4.2.2), 用水溶解并定容至 1 000 mL。用磷酸(A.4.2.3)调 pH 至 3.0, 经 0.45 μm 水相滤膜过滤备用。

A.4.3 仪器和设备

A.4.3.1 天平: 感量为 1 mg。

A.4.3.2 高效液相色谱仪, 带紫外检测器。

A.4.3.3 pH 计: 精度为 0.01。

A.4.4 参考色谱条件

色谱参考条件为:

- a) 色谱柱: C₁₈(250 mm \times 4.6 mm, 粒径 5 μm)或同等性能色谱柱;
- b) 流动相: 量取 100 mL 甲醇(A.4.2.1), 900 mL 磷酸二氢钾溶液(A.4.2.5), 混匀后经 0.45 μm 滤膜过滤备用;
- c) 流速: 1.0 mL/min;
- d) 检测波长: 200 nm;
- e) 柱温: 30 $^{\circ}\text{C}$;
- f) 进样量: 10 μL 。

A.4.5 分析步骤

A.4.5.1 标准溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 1 mg) D-泛酸钠标准品, 加水溶解并定容至 100 mL。该标准溶液每毫升含 0.5 mg D-泛酸钠。

A.4.5.2 试样溶液的制备

称取 0.05 g(精确至 1 mg)预先干燥的试样, 用水稀释至 100 mL, 作为试样溶液。

A.4.5.3 测定

在 A.4.4 色谱条件下, 分别对标准溶液和试样溶液进行色谱分析。将试样溶液的色谱图与标准溶液色谱图相比较, 以确定试样溶液色谱图中 D-泛酸钠对应的峰(保留时间 t_R 为 13.2 min)。根据标准溶液和试样溶液色谱图中 D-泛酸钠的峰面积, 计算出 D-泛酸钠含量。

A.4.6 结果计算

D-泛酸钠的含量的质量分数 w ,按式(A.1)计算:

$$w = \frac{m_s}{m_t} \times \frac{A_t}{A_s} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

m_s ——标准溶液中 D-泛酸钠的质量,单位为毫克(mg);

m_t ——试样质量,单位为毫克(mg);

A_t ——试样溶液色谱图中 D-泛酸钠的峰面积值;

A_s ——标准溶液色谱图中 D-泛酸钠的峰面积值。

以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。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 5%。

A.5 比旋光度的测定

A.5.1 仪器和设备

A.5.1.1 天平:感量为 0.01 g。

A.5.1.2 比旋光度计。

A.5.2 分析步骤

称取 1.25 g(精确至 0.01 g)预先干燥的试样,加水溶解并定容至 25 mL,按 GB/T 613 规定的方法测定,计算 D-泛酸钠的比旋光度。

A.5.3 结果计算

D-泛酸钠的比旋光度 $\alpha_m(20\text{ }^\circ\text{C}, D)$,单位以“(°)·dm²·kg⁻¹”表示,按式(A.2)计算:

$$\alpha_m(20\text{ }^\circ\text{C}, D) = \frac{\alpha}{l \times \rho} \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

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 ——溶液中 D-泛酸钠的质量浓度,单位为克每毫升(g/mL)。

A.6 钙的测定

A.6.1 试剂和材料

A.6.1.1 冰乙酸。

A.6.1.2 草酸铵。

A.6.1.3 乙酸溶液:吸取 1 mL 冰乙酸(A.6.1.1),加水定容至 20 mL。

A.6.1.4 草酸铵试液:取 4 g 草酸铵(A.6.1.2),加水使其溶解,定容至 100 mL。

A.6.2 仪器和设备

天平:感量为 0.01 g。

A.6.3 操作步骤

称取 1 g(精确至 0.01 g)试样溶于 10 mL 的水,加 0.5 mL 乙酸溶液(A.6.1.3)及 0.5 mL 草酸铵试液(A.6.1.4),不得生成沉淀。

A.7 pH 的测定

称取 2 g(精确至 0.01 g)试样,加水溶解并定容至 10 mL。按 GB/T 23769 规定的方法测定 pH。

A.8 干燥减量的测定

A.8.1 试剂和材料

五氧化二磷。

A.8.2 仪器和设备

真空干燥箱。

A.8.3 分析步骤

称取约 2 g(精确至 0.1 mg)试样于已恒重的称量瓶中,置减压干燥箱内,用五氧化二磷做干燥剂,常温减压干燥 24 h。取出称量瓶,称量。重复以上操作至恒重。

A.8.4 结果计算

干燥减量质量分数 w_1 ,按式(A.2)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

m_1 ——干燥前称量瓶和试样质量,单位为克(g);

m_2 ——干燥后称量瓶和试样质量,单位为克(g);

m ——试样质量,单位为克(g)。

以两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。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.9 生物碱

A.9.1 试剂和材料

A.9.1.1 盐酸。

A.9.1.2 二氯化汞。

A.9.1.3 碘化钾。

A.9.1.4 盐酸溶液:2.7 mol/L。

A.9.1.5 汞碘化钾溶液:称取 1.36 g 二氯化汞(A.9.1.2)溶于 60 mL 水中,另取 5 g 碘化钾(A.9.1.3)溶于 10 mL 水,将两液混合,加水稀释至 100 mL。

A.9.2 仪器和设备

天平:感量为 0.01 g。

A.9.3 操作步骤

称取 0.2 g(精确至 0.01 g)试样,加 5 mL 水,加 1 mL 盐酸溶液(A.9.1.4)和 2 滴汞碘化钾溶液(A.9.1.5),在 1 min 内不得产生浑浊。

A.10 硫酸盐(以 SO_4 计)的测定

A.10.1 试剂和材料

A.10.1.1 盐酸。

A.10.1.2 硫酸钾。

A.10.1.3 乙醇。

A.10.1.4 氯化钡。

A.10.1.5 盐酸溶液:20%。量取 504 mL 盐酸,用水稀释,并定容至 1 000 mL。

A.10.1.6 硫酸钾乙醇溶液:0.2 g/L。

A.10.1.7 氯化钡溶液:250 g/L。

A.10.1.8 硫酸盐标准溶液:称取 0.036 g 硫酸钾(A.10.1.2),溶于 100 mL 水,此溶液每毫升含 0.2 mg 硫酸盐。

A.10.2 仪器和设备

天平:感量为 1 mg。

A.10.3 操作步骤

A.10.3.1 试样溶液的制备

称取 1.0 g(精确至 0.01 g)试样于 25 mL 比色管中,加 5 mL 水溶解,作为试样溶液。

A.10.3.2 标准溶液的制备

取 1 mL 硫酸盐标准溶液(A.10.1.8)于 25 mL 比色管中,加 5 mL 水溶解,作为标准溶液。

A.10.3.3 测定

A.10.3.3.1 在试样溶液(A.10.3.1)和标准溶液(A.10.3.2)中,分别加入 0.5 mL 盐酸溶液(A.10.1.5)备用。

A.10.3.3.2 取两支 50 mL 比色管,均加入 0.25 mL 硫酸钾乙醇溶液(A.10.1.6)和 1 mL 氯化钡溶液(A.10.1.7),组成晶种液,准确放置 1 min,分别加入已酸化试样溶液和标准溶液(A.10.3.3.1),加水稀释至 25 mL,摇匀,放置 5 min,在黑色背景上从比色管上方比较两者浊度。试样溶液的浊度不深于标准溶液的浊度,即是硫酸盐小于或等于 200 mg/kg。

A.11 β -丙氨酸的测定

A.11.1 试剂和材料

A.11.1.1 硅胶 G 薄层板。

A.11.1.2 β -丙氨酸。

A.11.1.3 乙醇。

A.11.1.4 茚三酮。

A.11.1.5 展开剂:乙醇:水=65:35。

A.11.1.6 茚三酮试液:取 2 g 茚三酮溶于乙醇并定容至 100 mL。

A.11.2 仪器和设备

天平:感量为 1 mg。

A.11.3 分析步骤

取 0.02 g β -丙氨酸溶解于 50 mL 水中作对照品溶液。称取 0.2 g 试样,溶于 5 mL 水中作试样液。吸取上述溶液各 5 μ L,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以展开剂(A.11.1.5)展开,晾干,喷茚三酮试液(A.11.1.6),在 100 $^{\circ}$ C 干燥 10 min,立即检视,样品溶液如显示与对照品溶液比移值(R_f)相同的斑点,其颜色不得深于对照品,即是 β -丙氨酸含量小于 1%。

A.12 铅(Pb)的测定

称取试样 10 g(精确至 1 mg)于烧杯中,加水溶解,转移至 50 mL 容量瓶中,定容,摇匀,作为试样溶液。以下操作按 GB 5009.12 第三法火焰原子吸收光谱法进行。

A.13 砷(As)的测定

称取试样 0.5 g(精确至 1 mg)于烧杯中,加 10 mL 水溶解,转移至 50 mL 容量瓶中,再加入 2.5 mL 盐酸,5.0 mL 硫脲溶液(50 g/L),用水定容至刻度,摇匀,作为试样溶液。以下操作同 GB 5009.76 第二法氢化物原子荧光光度法进行。

附录 B
D-泛酸钠标准红外光谱图

D-泛酸钠的红外光谱图见图 B.1。

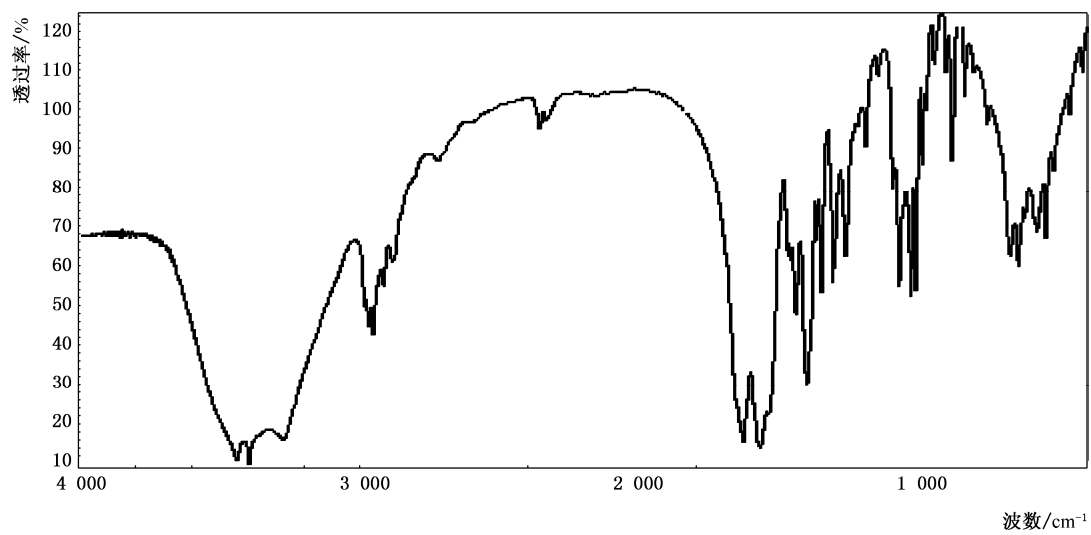


图 B.1 D-泛酸钠的红外光谱图

附录 C
D-泛酸钠的高效液相色谱图

D-泛酸钠的液相色谱图见图 C.1。

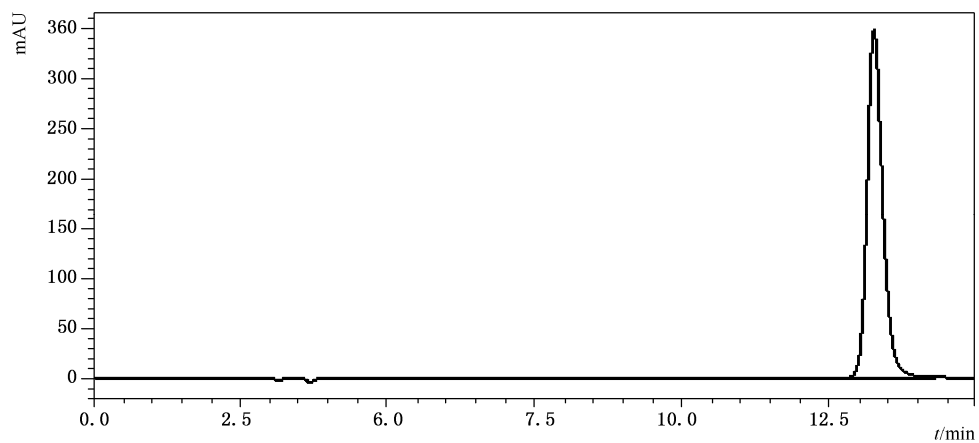


图 C.1 D-泛酸钠的高效液相色谱图(500 mg/L)