



中华人民共和国国家标准

GB 1903.36—2018

食品安全国家标准

食品营养强化剂 氯化胆碱

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 氯化胆碱

1 范围

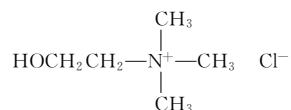
本标准适用于三甲胺盐酸盐(或三甲胺与盐酸中和生成三甲胺盐酸盐)与环氧乙烷反应,再经浓缩、精制、干燥得到的食品营养强化剂氯化胆碱。

2 化学名称、结构式、分子式、相对分子质量

2.1 化学名称

氯化 2-羟乙基三甲胺

2.2 结构式



2.3 分子式

$\text{C}_5\text{H}_{14}\text{ClNO}$

2.4 相对分子质量

139.62(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 | 无色或白色 | 将适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下,观察其色泽和状态 |
| 状态 | 晶体或结晶性粉末 | |

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 |
|----------------------|-------------|------------------|
| 氯化胆碱含量(以干基计), $w/\%$ | 98.0~100.5 | 附录 A 中 A.3 |
| 水分, $w/\%$ | \leq 0.5 | GB 5009.3 卡尔·费休法 |
| 灼烧残渣, $w/\%$ | \leq 0.05 | 附录 A 中 A.4 |
| 1,4-二氧六环/(mg/kg) | \leq 10 | 附录 A 中 A.5 |
| 铅(Pb)/(mg/kg) | \leq 2.0 | GB 5009.75 |

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 氯离子试验

配制 50 mg/L 的试样溶液,加入适量 17 g/L 硝酸银溶液,生成白色凝乳状沉淀。此沉淀不溶于硝酸,但溶解于稍微过量的 10% 氨水溶液。

A.2.2 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氯化胆碱标准品图谱(见附录 B)一致。

A.2.3 沉淀反应

A.2.3.1 试剂和材料

碘溶液:称取 14 g 碘,溶解于含 36 g 碘化钾的 100 mL 水中,加 3 滴盐酸,加水稀释至 1 000 mL,混匀。

A.2.3.2 分析步骤

称取 500 mg 试样,溶解于 2 mL 碘溶液中,立即产生红棕色沉淀。加入 5 mL 40 g/L 氢氧化钠溶液后,沉淀溶解,溶液变为澄清黄色。加热溶液,又产生淡黄色沉淀。

A.2.4 颜色反应

A.2.4.1 试剂和材料

A.2.4.1.1 亚铁氰化钾溶液:称取 2 g 亚铁氰化钾 $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$,溶解于 100 mL 水中。此溶液现配现用。

A.2.4.1.2 氯化钴溶液:称取 2 g 氯化钴 $(\text{CoCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$,溶解于 1 mL 盐酸中,加水稀释至 100 mL。

A.2.4.2 分析步骤

量取 1 mL 含量为 10 mg/L 试样溶液,加入 2 mL 亚铁氰化钾溶液,再加 2 mL 氯化钴溶液,立即呈现鲜绿色。

A.3 氯化胆碱含量(以干基计)的测定

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 冰乙酸。

A.3.1.2 乙酸汞溶液:称取6 g 乙酸汞 $[\text{Hg}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2]$,溶解于100 mL冰乙酸中,贮存于避光的密封容器内。

A.3.1.3 高氯酸标准滴定溶液: $c(\text{HClO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.3.1.4 结晶紫指示液:10 g/L。

A.3.2 分析步骤

称取试样约0.3 g(精确到0.000 1 g),加50 mL冰乙酸,蒸气浴加热至完全溶解,冷却。加入10 mL乙酸汞溶液和2滴结晶紫指示液,用高氯酸标准滴定溶液滴定(在通风橱中操作)至溶液变为绿色,记录消耗的高氯酸标准溶液的体积。同时作空白试验。

A.3.3 结果计算

氯化胆碱含量(以干基计)的质量分数 ω_1 ,按式(A.1)计算:

$$\omega_1 = \frac{c \times (V_1 - V_2) \times M}{1\,000 \times m \times (1 - \omega)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

c ——高氯酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定试样溶液所消耗的高氯酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定空白溶液所消耗的高氯酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

M ——氯化胆碱的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol) $[M(\text{C}_5\text{H}_{14}\text{ClNO})=139.63]$;

m ——试样的质量,单位为克(g);

ω ——试样的水分,%;

1 000——体积换算系数。

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0.5%。

A.4 灼烧残渣的测定

A.4.1 试剂和材料

硫酸。

A.4.2 仪器和设备

A.4.2.1 坩埚。

A.4.2.2 高温炉。

A.4.2.3 干燥器。

A.4.3 分析步骤

取试样约4 g(精确至0.000 1 g),放入已炽灼至恒重的坩埚中,在电炉上缓缓炽灼至完全炭化,冷

却至室温。加入约 0.5 mL 硫酸使湿润,低温加热至硫酸蒸气完全逸出。然后移入高温炉中,在 800 °C ± 25 °C 下炽灼至完全灰化。移至干燥器内,放冷至室温,准确称重后,在高温炉炽灼直至恒重。

A.4.4 结果计算

灼烧残渣的质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

m_1 —— 坩埚与残渣的总质量,单位为克(g);

m_0 —— 坩埚的质量,单位为克(g);

m —— 试样的质量,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 0.02%。

A.5 1,4-二氧六环的测定

按照 GB/T 26388—2011 规定的方法测定,其中 7.2.2 修改为“称取 5.00 g ± 0.01 g 试样于顶空瓶中,再加入 10.00 mL ± 0.01 mL 标准溶液 A,立即加盖密封,超声 15 min ~ 20 min 后静置 2 h,用于色谱测定。”

附录 B
氯化胆碱标准品的参考红外光谱图

氯化胆碱标准品的参考红外光谱图见图 B.1。

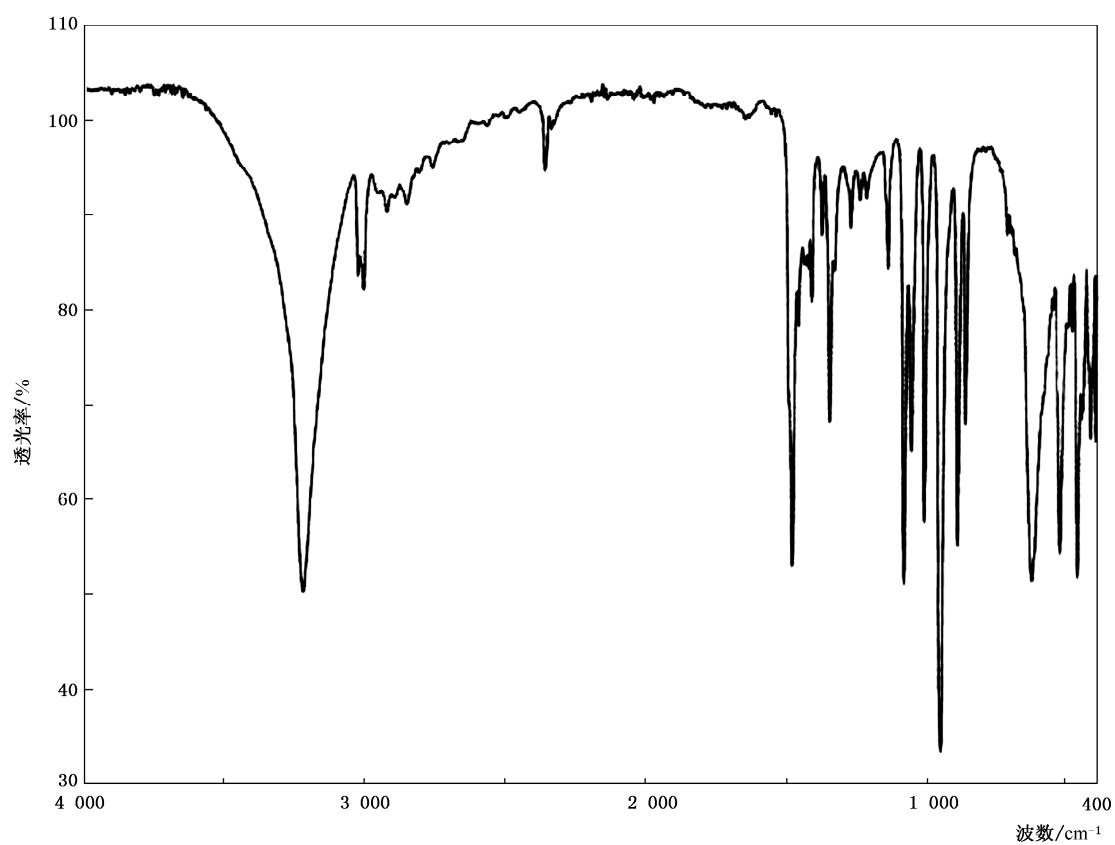


图 B.1 氯化胆碱标准品的参考红外光谱图