



中华人民共和国国家标准

GB 1886.99—2015

食品安全国家标准

食品添加剂 L- α -天冬氨酰-N-
(2,2,4,4-四甲基-3-硫化三亚甲基)
-D-丙氨酰胺(又名阿力甜)

2015-09-22 发布

2016-03-22 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

食品安全国家标准

食品添加剂 L- α -天冬氨酰-N-(2,2,4,4-四甲基-3-硫化三亚甲基)-D-丙氨酰胺(又名阿力甜)

1 范围

本标准适用于食品添加剂 L- α -天冬氨酰-N-(2,2,4,4-四甲基-3-硫化三亚甲基)-D-丙氨酰胺(又名阿力甜)。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

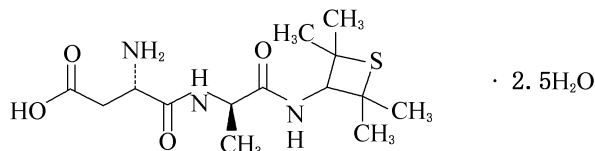
2.1 化学名称

L- α -天冬氨酰-N-(2,2,4,4-四甲基-3-硫化三亚甲基)-D-丙氨酰胺

2.2 分子式

$C_{14}H_{25}N_3O_4S \cdot 2.5H_2O$

2.3 结构式



2.4 相对分子质量

376.47(按 2007 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	将样品置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下,观察其色泽状态,嗅其气味
状态	结晶粉末	
气味	无味或略有特殊性气味	

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
阿力甜含量(以干基计), $w/\%$	98.0~101.0	附录 A 中 A.3
β -异构体(以干基计), $w/\%$	≤ 0.3	附录 A 中 A.3
丙氨酸酰胺(以干基计), $w/\%$	≤ 0.2	附录 A 中 A.3
水分, $w/\%$	11~13	GB/T 6283
比旋光度 $\alpha_m(25\text{ }^\circ\text{C}, D)/[(^\circ) \cdot \text{dm}^2 \cdot \text{kg}^{-1}]$	+40~+50	附录 A 中 A.4
灼烧残渣, $w/\%$	≤ 1.0	GB/T 9741 ^a
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 1.0	GB 5009.12
^a 灼烧温度为 800 $^\circ\text{C} \pm 25\text{ }^\circ\text{C}$ 。		

附 录 A 检 验 方 法

A.1 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,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,在没有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.2 鉴别试验

A.2.1 溶解性

易溶于水和乙醇。

A.2.2 红外光谱图

红外光谱图符合图 B.1。

A.2.3 pH

50 g/L 样品溶液的 pH 为 5.0~6.0。

A.2.4 显色反应

A.2.4.1 称取 300 mg 茛三酮加入 100 mL 正丁醇和 2 mL 冰乙酸中配制成溶液,取此溶液 5 mL,加入 10 mg 样品,加热至缓慢回流,应出现亮蓝紫色。

A.2.4.2 取 5 mL 新鲜制备的 $c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4)=0.001\text{ mol/L}$ 的高锰酸钾标准溶液,加 10 mg 样品并充分混合,溶液由紫色变成棕色。

A.3 阿力甜(以干基计)含量、 β -异构体和丙氨酸酰胺的测定

A.3.1 方法提要

用反相离子对高效液相色谱测定法,在选定的工作条件下,通过色谱柱使样品溶液中各组分分离,用紫外吸收检测器检测,用外标法定量,计算样品中阿力甜、 β -异构体和丙氨酸酰胺的含量。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 甲醇。

A.3.2.2 乙腈:色谱级,在 210 nm 透光率大于 90%。

A.3.2.3 β -异构体:标准样品。

A.3.2.4 丙氨酸酰胺:标准样品。

A.3.2.5 阿力甜:标准样品。

A.3.2.6 缓冲溶液:称取 0.69 g 磷酸一钠(一水合物)和 4.32 g 1-辛基硫酸钠,精确至 0.000 1 g,置于

1 000 mL 容量瓶中。加入 200 mL 水使其溶解,用磷酸调节 pH 至 2.5,加水稀释至刻度。经孔径为 0.22 μm 微孔滤膜或相当的滤膜过滤。

A.3.3 仪器和设备

A.3.3.1 高效液相色谱系统(HPLC)。

A.3.3.2 恒流泵。

A.3.3.3 紫外吸收检测器。

A.3.4 色谱分析条件

推荐的色谱柱及典型操作条件见表 A.1。

表 A.1 色谱柱和典型色谱操作条件

C ₁₈ 色谱柱	15 cm×0.4 cm
柱温	室温
流动相	附录 A 中 A.3.5.1
流动速度/(mL/min)	1.0
检测器检测波长/nm	217

A.3.5 分析步骤

A.3.5.1 流动相的制备

准确量取乙腈和缓冲溶液,体积比为 1 : 3,充分混合。经真空脱气。

A.3.5.2 标准工作溶液的制备

A.3.5.2.1 标准溶液 A1:称取 β -异构体和丙氨酸酰胺各约 25 mg,精确至 0.000 1 g,移入 500 mL 容量瓶中。加 50 mL 甲醇使之溶解,用水稀释至刻度。存储于冰箱中。

A.3.5.2.2 标准溶液 A2:移取 15 mL \pm 0.02 mL 标准溶液 A1 至 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

A.3.5.2.3 标准工作溶液 W1:称取约 50 mg 阿力甜标准样品,精确至 0.000 1 g,移入 10 mL 容量瓶中,加 5 mL 标准溶液 A2,用水稀释至刻度。

A.3.5.2.4 标准工作溶液 W2:移取 5 mL \pm 0.02 mL 标准工作溶液 W1 至 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

A.3.5.3 试验溶液的制备

A.3.5.3.1 试验溶液 S1:称取约 50 mg 样品,精确至 0.000 1 g,置于 10 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

A.3.5.3.2 试验溶液 S2:移取 5 mL \pm 0.02 mL 试验溶液 S1 至 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。

A.3.5.4 系统适应性试验

按高效液相色谱操作规程开机预热,调节温度及流量,达到分析条件并基线平稳。重复 3 次分别注入 100 μL 标准工作溶液 W1 和标准工作溶液 W2, β -异构体、阿力甜和丙氨酸酰胺的近似保留时间如表 A.2 所示。峰面积的变化系数(100 乘以标准偏差除以平均峰面积)不应超过 2%。

表 A.2 各组分的近似保留时间

组分名称	近似保留时间/min
β-异构体	6
阿力甜	10
丙氨酸酰胺	15

注：本近似保留时间为 15 cm×0.4 cm 色谱柱得到。如果使用其他色谱柱或长度不同，应调整流动相中乙腈的比例，以获得所需的保留时间。

A.3.5.5 测定

将流动相泵入色谱柱，至基线不再漂移。在系统适应性试验条件下分析标准工作溶液和试验溶液。分三次注入标准工作溶液 W1，计算 β-异构体和丙氨酸酰胺的平均峰面积。分三次注入标准工作溶液 W2，计算阿力甜的平均峰面积。分三次注入试验溶液 S1，计算 β-异构体和丙氨酸酰胺的平均峰面积。分三次注入试验溶液 S2，计算阿力甜的平均峰面积。

A.3.6 结果计算

阿力甜含量(以干基计)的质量分数 w_1 ，按式(A.1)计算：

$$w_1 = \frac{R_A \times W_S \times P_S}{R_S \times W_A} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

- R_A —— 试验溶液 S2 中检出峰的响应值；
- W_S —— 阿力甜标准样品减去水分后的质量，单位为克(g)；
- P_S —— β-异构体或丙氨酸酰胺标准样品的纯度，%；
- R_S —— 标准工作溶液 W2 中检出峰的响应值；
- W_A —— 样品减去水分后的质量，单位为克(g)。

β-异构体(以干基计)的质量分数 w_2 ，按式(A.2)计算：

$$w_2 = \frac{R_A \times W_S \times P_S \times DF}{R_S \times W_A} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

- R_A —— 试验溶液 S1 中检出峰的响应值；
- W_S —— 未除去水分的 β-异构体标准样品或丙氨酸酰胺标准样品的质量，单位为克(g)；
- P_S —— β-异构体标准样品的纯度，%；
- DF —— 稀释因子，即 0.003；
- R_S —— 标准工作溶液 W1 中检出峰的响应值；
- W_A —— 样品未除去水分的质量，单位为克(g)。

丙氨酸酰胺(以干基计)的质量分数 w_3 ，按式(A.3)计算：

$$w_3 = \frac{R_A \times W_S \times P_S \times DF}{R_S \times W_A} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

- R_A —— 试验溶液 S1 中检出峰的响应值；
- W_S —— 未除去水分的 β-异构体标准样或丙氨酸酰胺标准样的质量，单位为克(g)；

- P_S —— β -异构体标准样品的纯度, %;
- DF ——稀释因子, 即 0.003;
- R_S ——标准工作溶液 W1 中检出峰的响应值;
- W_A ——样品未除去水分的质量, 单位为克(g)。

A.4 比旋光度 $\alpha_m(25\text{ }^\circ\text{C}, D)$ 的测定

A.4.1 称取 10 g 样品, 精确至 0.001 g, 加水溶解并转移至 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 测定温度为 $25\text{ }^\circ\text{C} \pm 0.5\text{ }^\circ\text{C}$ 。

比旋光度 $\alpha_m(25\text{ }^\circ\text{C}, D)$, 以“(°) · dm² · kg⁻¹”计, 按式(A.4)计算:

$$\alpha_m(25\text{ }^\circ\text{C}, D) = \frac{\alpha}{l \times \rho_\alpha} \dots\dots\dots (A.4)$$

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)。

A.4.2 其他按 GB/T 613 进行。

附录 B
阿力甜标准红外光谱图

食品添加剂阿力甜标准红外光谱图见图 B.1。

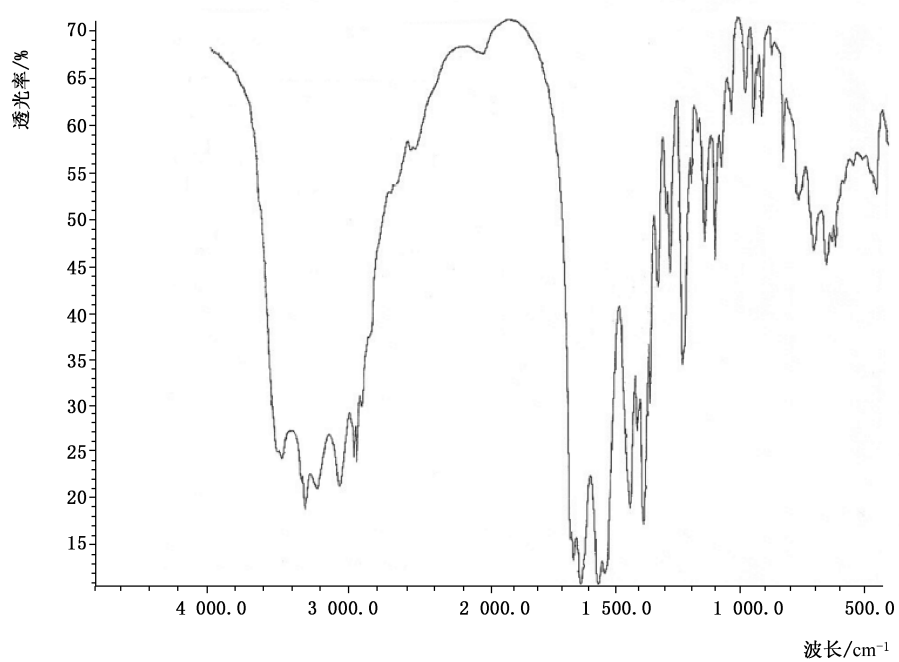


图 B.1 阿力甜标准红外光谱图