



中华人民共和国国家标准

GB 1886.47—2016

食品安全国家标准

食品添加剂 天门冬酰苯丙氨酸甲酯 (又名阿斯巴甜)

2016-08-31 发布

2017-01-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本标准代替 GB 22367—2008《食品添加剂 天门冬酰苯丙氨酸甲酯(阿斯巴甜)》。

本标准与 GB 22367—2008 相比,主要变化如下:

——标准名称修改为“食品安全国家标准 食品添加剂 天门冬酰苯丙氨酸甲酯(又名阿斯巴甜)”。

食品安全国家标准

食品添加剂 天门冬酰苯丙氨酸甲酯 (又名阿斯巴甜)

1 范围

本标准适用于由 L-苯丙氨酸、L-天冬氨酸等反应制得的食物添加剂天门冬酰苯丙氨酸甲酯(又名阿斯巴甜)。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

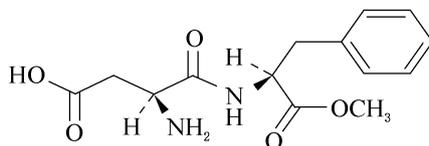
2.1 化学名称

L-天门冬酰-L-苯丙氨酸甲酯

2.2 分子式

$C_{14}H_{18}N_2O_5$

2.3 结构式



2.4 相对分子质量

294.31(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	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下观察色泽和状态
状态	结晶颗粒或粉末	

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
天门冬酰苯丙氨酸甲酯含量(以干基计), $w/\%$	98.0~102.0	附录 A 中 A.3
比旋光度 $[\alpha]_D^{20}$	+14.5°~+16.5°	附录 A 中 A.4
透光率 \geq	0.95	附录 A 中 A.5
pH	4.5~6.0	附录 A 中 A.6
干燥失重, $w/\%$ \leq	4.5	GB 5009.3 ^a
灼烧残渣, $w/\%$ \leq	0.2	GB 5009.4
铅(Pb)/(mg/kg) \leq	1.0	GB 5009.75
5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸(BDPA)质量分数, $w/\%$ \leq	1.5	附录 A 中 A.7
其他相关物质量分数, $w/\%$ \leq	2.0	附录 A 中 A.8
^a 干燥温度为 105 °C ± 2 °C,干燥时间为 4 h。		

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、GB/T 603 之规定制备。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 鉴别 1

取 2 g(水合)茛三酮溶于 75 mL 二甲基亚砷中,加 62 mg 还原茛三酮,用 4 mol/L 醋酸锂缓冲溶液(pH 9)稀释至 100 mL,过滤。向试管中移入 10 mg 试样,加 2 mL 试剂溶液,加热,出现暗紫色。

A.2.2 鉴别 2

称取约 20 mg 试样,溶于 1 mL 甲醇中,加 0.5 mL 用盐酸羟胺饱和的甲醇,混合后加 0.3 mL 5 mol/L 的氢氧化钾甲醇溶液。煮沸后冷却,加入盐酸溶液调整 pH 至 1~1.5,加 0.1 mL 氯化铁溶液,出现红棕色。

A.2.3 溶解性

微溶于水和乙醇。

A.3 天门冬酰苯丙氨酸甲酯含量(以干基计)的测定

A.3.1 方法提要

以冰乙酸作溶剂,以结晶紫为指示剂,用高氯酸标准溶液对试样的冰乙酸溶液进行非水滴定。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 冰乙酸。

A.3.2.2 高氯酸标准溶液: $c(\text{HClO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.3.2.3 结晶紫指示剂:2 g/L。

A.3.2.4 甲酸:98%(优级纯)。

A.3.3 分析步骤

称取约 0.3 g 试样(精确至 0.000 1g),置于干燥的 150 mL 碘量瓶中,加入 1.5 mL 98% 甲酸及 60 mL 冰乙酸,充分溶解(在通风橱内操作),加入 2 滴~3 滴结晶紫指示剂,立即用 0.1 mol/L 高氯酸标准溶液滴定,当溶液由深绿色转至淡绿色略带微黄色即为终点。同时做空白试验。

注:用 0.1 mol/L 高氯酸标准溶液滴定至终点,空白滴定如超过 0.1 mL 可能会由于含水过多而导致终点用肉眼观察不到;高氯酸应在通风橱中操作。

A.3.4 结果计算

天门冬酰苯丙氨酸甲酯含量(以干基计)的质量分数 ω_1 ,按式(A.1)计算:

$$\omega_1 = \frac{(V_1 - V_2) \times 0.02943}{m_0 \times (1 - \omega_0)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

V_1 ——试样消耗高氯酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验消耗高氯酸标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

0.02943 ——每消耗 1 mL 浓度为 0.1 mol/L 的高氯酸标准溶液相当于以克表示的天门冬酰苯丙氨酸甲酯(阿斯巴甜)($C_{14}H_{18}N_2O_5$)的质量;

m_0 ——称取的试样质量,单位为克(g);

ω_0 ——试样干燥失重的质量分数,%。

两次平行测定结果之差不超过 0.2%,取两次测定结果的算术平均值为测定结果。

A.4 比旋光度 $[\alpha]_D^{20}$ 的测定

称取约 4 g 试样(精确至 0.000 1g),试样用足量 15 mol/L 甲酸溶解,并定容至 100 mL,备用。在 30 min 内恒温到 20 °C,用旋光仪进行测定。具体操作按 GB/T 613 规定的方法测定,结果计算时换算为以干基计。

A.5 透光率的测定

A.5.1 方法提要

试样溶液在 430 nm 波长处有最大的透光率。

A.5.2 仪器和设备

A.5.2.1 分光光度计。

A.5.2.2 容量瓶、移液管。

A.5.3 分析步骤

称取 0.5 g 试样,用 2 mol/L 盐酸溶液溶解并定容至 50 mL,摇匀。用 1 cm 比色皿于 430 nm 波长处测透光率。用 2 mol/L 盐酸溶液作空白对照。测定结果保留一位小数。

A.6 pH 的测定

称取试样 0.80 g,用水溶解并定容至 100 mL,用酸度计测定溶液的 pH。

A.7 5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸(BDPA)质量分数的测定

A.7.1 方法提要

试样用甲醇溶液[甲醇:水=1:9(体积比)]溶解,用配备紫外检测器的高效液相色谱测定,外标定

量法。

A.7.2 试剂和材料

A.7.2.1 美国药典(USP)标准不纯物 5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸。

A.7.2.2 磷酸二氢钾。

A.7.2.3 甲醇:色谱纯。

A.7.2.4 稀释溶液:200 mL 水和 1 800 mL 甲醇混合制得。

A.7.3 仪器和设备

高效液相色谱仪:配备紫外检测器。

A.7.4 色谱条件

A.7.4.1 色谱柱:色谱柱填充十八烷基硅胶,柱 250 mm×4.6 mm。

A.7.4.2 流动相:称取 5.6 g 磷酸二氢钾到 1 000 mL 的容量瓶中,加 820 mL 水溶解,用磷酸调节 pH 到 4.3,加 180 mL 甲醇,混匀,用 0.45 μm 滤膜过滤后脱气。

A.7.4.3 流动相流速:2 mL/min。

A.7.4.4 检测波长:210 nm。

A.7.4.5 进样量:20 μL。

A.7.4.6 柱温:40 °C。

A.7.4.7 系统适用性:三次重复注入标准溶液所得到的面积响应的相对标准误差不大于 2.0%。

A.7.5 分析步骤

A.7.5.1 5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸(BDPA)标准溶液的制备

准确称取 25 mg USP 标准不纯物 5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸,置于 100 mL 的容量瓶中,加 10 mL 甲醇溶解,用水稀释到刻度,混匀。吸取 15 mL 该溶液至 50 mL 的容量瓶,用稀释溶液(A.7.2.4)稀释到刻度,混匀,用 0.45 μm 微孔膜过滤。该溶液应现配现用。

A.7.5.2 试样溶液的制备

准确称取 50 mg 的试样,置于 10 mL 的容量瓶中,用稀释溶液(A.7.2.4)稀释到刻度,混匀,用 0.45 μm 微孔膜过滤。该溶液应现用现配。

A.7.5.3 5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸(BDPA)的测定

分别注入按 A.7.5.1 和 A.7.5.2 制备的 BDPA 标准溶液和试样溶液各 20 μL,记录色谱图及色谱图上 5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸的峰面积响应。5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸的保留时间大约是 4 min;天门冬酰苯丙氨酸甲酯(阿斯巴甜)的保留时间大约是 11 min。

A.7.6 5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸(BDPA)质量分数的结果计算

5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸(BDPA)的质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{A_U \times c_S}{A_S \times m_U} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

A_U ——5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸在试样中的面积响应;

C_s ——5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸在标准溶液中的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

A_s ——5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸在标准品中的面积响应;

m_U ——试样的质量,单位为毫克(mg);

1 000 ——换算系数。

A.8 其他相关物质量分数的测定

A.8.1 其他相关物标准溶液的制备

吸取用于5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸含量检测的待测液2 mL到100 mL的容量瓶中,用稀释溶液(A.7.2.4)稀释到刻度,混匀。

A.8.2 测定和判断

分别注入其他相关物标准溶液和试样溶液各20 μ L,记录色谱时间为2倍的天门冬酰苯丙氨酸甲酯(阿斯巴甜)保留时间。除去5-苄基-3,6-二氧-2-哌嗪乙酸的峰面积响应,试样溶液其他峰面积响应的总和不得大于其他相关物标准溶液所获得的天门冬酰苯丙氨酸甲酯(阿斯巴甜)峰面积响应值。
