



中华人民共和国国家标准

GB 1886.371—2023

食品安全国家标准

食品添加剂 ϵ -聚赖氨酸盐酸盐

2023-09-06 发布

2024-03-06 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

食品添加剂 ϵ -聚赖氨酸盐酸盐

1 范围

本标准适用于淀粉酶产色链霉菌(*Streptomyces diastatochromogenes*)经受控发酵,培养液经离子交换树脂吸附、盐酸洗脱并精制后得到的食品添加剂 ϵ -聚赖氨酸盐酸盐。

2 化学名称、分子式和结构式

2.1 化学名称

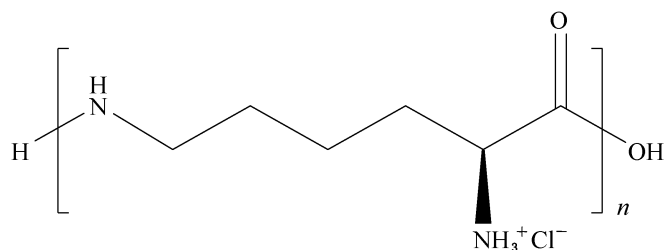
ϵ -聚 2,6-二氨基己酸盐盐酸盐。

2.2 分子式

$$\text{H}[\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_2\text{OHCl}]_n\text{HO}$$

($n=25\sim 35$)

2.3 结构式



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	淡黄色至白色	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光下观察其色泽和状态,并嗅其气味
状态	粉末,无正常视力可见外来异物	
气味	无异味	

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
ϵ -聚赖氨酸酸盐含量(以干基计), $w/\%$	\geq 95.0	附录 A 中 A.3
氯化物含量(以 Cl^- 计,干基), $w/\%$	19.0~22.0	GB 5009.44—2016 第一法
干燥减量, $w/\%$	\leq 8.0	GB 5009.3—2016 第一法
pH(10 g/L 水溶液)	2.5~5.5	GB/T 9724—2007
灼烧残渣, $w/\%$	\leq 2.0	GB 5009.4—2016 第一法 ^a
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq 1.0	GB 5009.75 或 GB 5009.12
总砷(As)/(mg/kg)	\leq 1.0	GB 5009.76 或 GB 5009.11
^a 灼烧残渣测定时取样量为 1 g(精确至 0.000 1 g)。		

附 录 A

检 验 方 法

A.1 一般规定

本标准所用试剂和水,除特别说明外,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级及以上试验用水。试验中所用标准溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,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 试剂和材料

A.2.1.1 硝酸铋溶液:硝酸铋 0.85 g 加冰乙酸 10 mL 及水 40 mL 溶解。

A.2.1.2 碘化钾溶液:碘化钾 8 g 加水 20 mL 溶解。

A.2.1.3 Dragendorff 试液:硝酸铋溶液(A.2.1.1)5 mL、碘化钾溶液(A.2.1.2)5 mL、冰乙酸 20 mL 和水 100 mL 混合而成。现用现配。

A.2.1.4 磷酸盐缓冲溶液:1.36 g 磷酸二氢钾溶于约 80 mL 水中,磷酸调 pH6.8,加水定容至 100 mL。

A.2.1.5 甲基橙试液:1.0 mmol/L 水溶液。

A.2.1.6 盐酸溶液(6 mol/L):取 100 mL 浓盐酸,加水稀释至 200 mL。

A.2.1.7 正丁醇/水/冰乙酸溶液:正丁醇:水:冰乙酸=4:2:1(体积比)。

A.2.1.8 茛三酮的丙酮溶液:1 g 茛三酮溶于 50 mL 丙酮中。

A.2.2 分析步骤

A.2.2.1 显色反应

称取试样 0.1 g,溶解于 100 mL 水中,取该样液 1 mL 加 Dragendorff 试液(A.2.1.3)1 mL,应产生红褐色沉淀。

称取试样 0.1 g,溶解于 100 mL pH6.8 的磷酸盐缓冲溶液(A.2.1.4)中,取该样液 1 mL,加甲基橙试液(A.2.1.5)1 mL,应产生红褐色沉淀。

A.2.2.2 薄层色谱检视

称取 10 mg 试样于水解管中,加入 6 mol/L 盐酸溶液(A.2.1.6)10 mL,充入氮气,密封,置于 110 °C ± 1 °C 烘箱中,水解 22 h 后取出,冷却至室温。取 1.0 mL 水解液于试管中,用浓缩仪在 40 °C ~ 50 °C 条件下减压干燥,残留物用 1.0 mL 水溶解。制成含本品约 1 mg/mL 的近中性水溶液,作为试样溶液。

另取试样适量,加水配制成浓度约为 1 mg/mL 的水溶液,作为对照液。

称取赖氨酸盐酸盐标准样品适量,加水配制成浓度约为 1 mg/mL 的溶液,作为标准溶液。

另取赖氨酸盐酸盐标准品与精氨酸标准品适量,置于同一量瓶中,用水溶解并稀释成浓度均为 1 mg/mL 的溶液,作为系统适用性试验溶液。

吸取上述 4 种溶液各 2 μL,分别点于同一硅胶 G 薄层板上,以正丁醇/水/冰乙酸溶液(A.2.1.7)为展开剂,展开液由原始线升高至 10 cm 处时,晾干薄板,90 °C 干燥 10 min,喷以茛三酮的丙酮溶液(A.2.1.8),90 °C 加热至斑点出现,立即检视。标准溶液应显示一个清晰斑点;系统适用性试验溶液应显示两个完全分离的斑点,且其中一个斑点与标准溶液斑点色泽相似,Rf 值相等;试样溶液所得斑点与标准溶液所得斑点色泽相似,Rf 值相等;对照液应在原点处显示一个清晰斑点,没有其他斑点出现。

A.3 含量(以 ϵ -聚赖氨酸盐酸盐干基计)的测定

A.3.1 方法原理

试样经缓冲溶液溶解后,采用液相色谱分离,紫外检测器或二极管阵列检测器检测,外标法定量。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 硫酸钠(Na_2SO_4)。

A.3.2.2 磷酸氢二钾(K_2HPO_4)。

A.3.2.3 磷酸(H_3PO_4)。

A.3.2.4 乙腈($\text{C}_2\text{H}_5\text{N}$):色谱纯。

A.3.2.5 ϵ -聚赖氨酸盐酸盐标准品。

A.3.2.6 缓冲溶液:将 1.7 g 磷酸氢二钾和 1.4 g 硫酸钠溶于 800 mL 水中,磷酸调 pH 至 2.2 后,加水定容至 1 000 mL,用 0.45 μm 滤膜过滤。

A.3.2.7 定容液:在 92 mL 缓冲溶液(A.3.2.6)中加入 8 mL 乙腈,混匀。

A.3.3 仪器和设备

A.3.3.1 电子天平:感量为 0.1 mg。

A.3.3.2 液相色谱仪:配有紫外检测器或二极管阵列检测器。

A.3.3.3 超声波清洗器。

A.3.4 参考色谱条件

A.3.4.1 色谱柱: C_{18} (4.6 mm \times 250 mm,5 μm)色谱柱或其他等效柱。

A.3.4.2 流速:0.5 mL/min。

A.3.4.3 检测波长:210 nm。

A.3.4.4 柱温:30 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.3.4.5 进样量:10 μL 。

A.3.4.6 流动相:缓冲溶液(A.3.2.6):乙腈=92:8(体积比)。

A.3.5 分析步骤

A.3.5.1 ϵ -聚赖氨酸盐酸盐标准溶液(1.0 mg/mL)配制

准确称取 0.050 g(精确至 0.000 1 g) ϵ -聚赖氨酸盐酸盐标准品,置于 50 mL 容量瓶中,加入适量定容液(A.3.2.7)溶解并定容至刻度备用。

A.3.5.2 试样溶液制备

准确称取 0.050 g(精确至 0.000 1 g)试样,置于 50 mL 容量瓶中,加入适量定容液(A.3.2.7)溶解并定容至刻度备用。

A.3.6 测定

将标准溶液和试样溶液分别过 0.45 μm 滤膜后注入液相色谱仪中,测得峰面积,根据标准溶液中 ϵ -聚赖氨酸盐酸盐的峰面积和浓度,计算样品溶液中 ϵ -聚赖氨酸盐酸盐含量。食品添加剂 ϵ -聚赖氨酸盐酸盐典型液相色谱图见图 B.1。

A.3.7 结果计算

ϵ -聚赖氨酸酸盐含量的质量分数 w (以干基计), 按式(A.1)计算。

$$w = \frac{A_x \times c_s \times v}{A_s \times m \times (1 - W_1)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

A_x —— 试样溶液中 ϵ -聚赖氨酸酸盐的峰面积;

c_s —— 标准溶液中 ϵ -聚赖氨酸酸盐的浓度, 单位为毫克每毫升(mg/mL);

v —— 试样溶液定容的体积, 单位为毫升(mL);

A_s —— 标准溶液中 ϵ -聚赖氨酸酸盐的峰面积;

m —— 试样的质量, 单位为毫克(mg);

w_1 —— 试样干燥减量的值, %;

试验结果以两次平行测定结果的算术平均值计。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 2%。

附录 B

食品添加剂 ϵ -聚赖氨酸盐酸盐典型液相色谱图

食品添加剂 ϵ -聚赖氨酸盐酸盐典型液相色谱图见图 B.1。

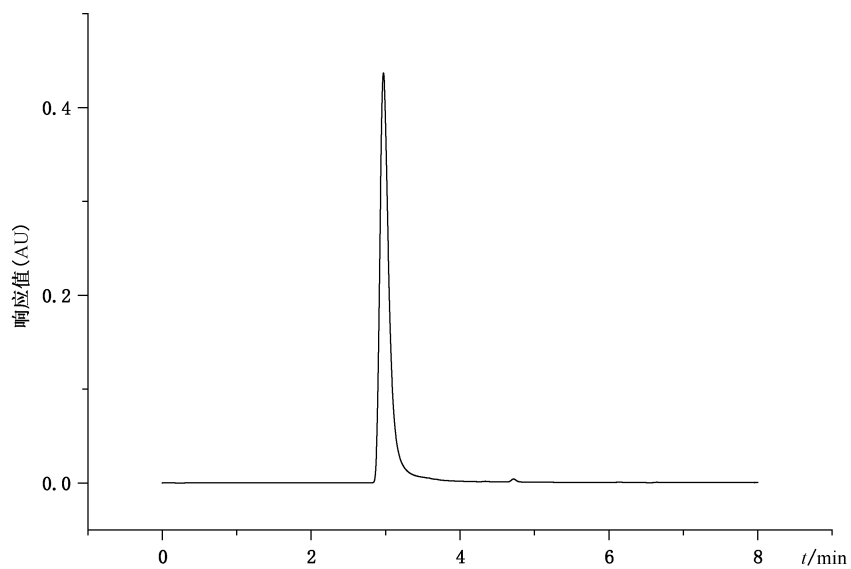


图 B.1 食品添加剂 ϵ -聚赖氨酸盐酸盐典型液相色谱图