

中华人民共和国国家标准

GB 1903.42—2020

食品安全国家标准

食品营养强化剂 肌醇(环己六醇)

2020-09-11 发布

2021-03-11 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 肌醇（环己六醇）

1 范围

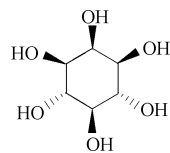
本标准适用于以由植酸钙镁（菲汀）水解生成的食品营养强化剂肌醇（环己六醇）。

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

180.16(按 2018 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	白色或类白色	取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下,观察其色泽和状态
状态	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
肌醇(C ₆ H ₁₂ O ₆)含量(以干基计), <i>w</i> / %	97.0~101.0	附录 A 中 A.3
钙(Ca)	通过试验	附录 A 中 A.4
氯化物(以 Cl 计), <i>w</i> / %	≤ 0.005	附录 A 中 A.5
硫酸盐(以 SO ₄ 计), <i>w</i> / %	≤ 0.006	附录 A 中 A.6
干燥减量, <i>w</i> / %	≤ 0.5	GB 5009.3 直接干燥法 ^a
熔点/℃	224~227	GB/T 617
灼烧残渣, <i>w</i> / %	≤ 0.1	附录 A 中 A.7
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 1.0	GB 5009.75 或 GB 5009.12
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 1.0	GB 5009.76 或 GB 5009.11
^a 干燥温度为 105 ℃±2 ℃,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 试剂和材料

A.2.1.1 乙醇。

A.2.1.2 硝酸。

A.2.1.3 醋酸铋溶液:100 mg/mL。称取 1 g 醋酸铋,用水溶解,并定容至 10 mL。

A.2.1.4 石蕊试纸。

A.2.2 仪器和设备

A.2.2.1 电子天平:感量 0.01 g。

A.2.2.2 旋光仪。

A.2.2.3 熔点仪。

A.2.2.4 水浴锅:最高显示温度 100 °C。

A.2.3 鉴别方法

A.2.3.1 酸碱性

称取约 1 g 试样,精确至 0.01 g,加水溶解,并定容至 50 mL,得到试样溶液,将石蕊试纸放入溶液中,试纸色泽应无变化。

A.2.3.2 旋光性

称取约 1 g 试样,精确至 0.01 g,加水溶解,并定容至 100 mL,在 25 °C 条件下,用旋光仪测定,旋光度应为 $-0.10^{\circ}\sim+0.10^{\circ}$ 。

A.2.3.3 溶解性

称取约 1 g 试样,精确至 0.01 g,置于烧杯中,分别加入水、乙醇,摇动时间不少于 30 s,并在 5 min 内观察样品的溶解情况。试样溶于水,在乙醇中极微溶。

A.2.3.4 醋酸铋鉴别试验

称取约 1 g 试样,精确至 0.01 g,溶解于 50 mL 水中,得到试样溶液。取 1 mL 试样溶液,至瓷蒸发皿中,加入 6 mL 硝酸,100 °C 水浴蒸干,残渣溶解于 1 mL 水中,加 0.5 mL 醋酸铋溶液,再蒸发至干,应显紫罗兰颜色。

A.2.3.5 六乙酰肌醇残留物熔点或液相色谱鉴别

此项鉴别试验根据含量试验所选择的方法选择。

含量试验采用重量法时,将过程中所得六乙酰肌醇残留物于 105 °C 烘 0.5 h 后,按 GB/T 617 进行熔点测定,其熔点应为 212 °C~216 °C。

含量试验采用高效液相色谱法时,试样溶液的图谱主峰保留时间应与标准溶液的保留时间一致,标准品参考色谱图见图 B.1,样品参考色谱图见图 B.2。

A.3 肌醇(C₆H₁₂O₆)含量(以干基计)

A.3.1 重量法

A.3.1.1 方法原理

肌醇在酸性条件下与乙酸酐生成溶于三氯甲烷而不溶于水的六乙酰肌醇,根据得到的六乙酰肌醇的质量换算成肌醇的质量。

A.3.1.2 试剂和材料

A.3.1.2.1 乙酸酐硫酸溶液:取 2 mL 1 mol/L 的硫酸,缓慢滴加到 100 mL 乙酸酐中,放冷。

A.3.1.2.2 三氯甲烷。

A.3.1.3 仪器和设备

A.3.1.3.1 电子天平:感量 0.000 1 g。

A.3.1.3.2 水浴锅:最高显示温度 100 °C。

A.3.1.3.3 烧杯:250 mL。

A.3.1.3.4 表面皿。

A.3.1.3.5 分液漏斗

A.3.1.3.6 抽滤装置。

A.3.1.3.7 恒温干燥箱。

A.3.1.4 测定方法

称取约 0.2 g 试样,精确至 0.000 1 g,放到 250 mL 烧杯中,加入 5 mL 乙酸酐硫酸溶液(A.3.1.2.1),盖上表面皿,100 °C 水浴 20 min,取出冰浴冷却,缓慢加入 100 mL 水,加热煮沸 20 min,取出冰浴冷却。溶液移至 250 mL 分液漏斗中,用少许三氯甲烷洗涤烧杯,洗液并入分液漏斗中。分别用三氯甲烷萃取提取 6 次,三氯甲烷用量依次为 30 mL、25 mL、20 mL、15 mL、10 mL 和 10 mL,合并三氯甲烷层于另一个 250 mL 分液漏斗中,加入 10 mL 水振摇静置,取三氯甲烷层经脱脂棉过滤收集。再向分液漏斗中加入 10 mL 三氯甲烷,振摇静置,取三氯甲烷层用原有滤器与脱脂棉过滤,合并三氯甲烷层。置于已称重的锥形瓶中,挥去三氯甲烷,105 °C 干燥至恒重。所得残渣重量乘以 0.416 7,即得试样中肌醇含量。该残渣可用于 A.2.3.5 鉴别试验。

A.3.1.5 结果计算

肌醇含量 w_1 ,以质量分数计,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.416 7}{m \times (1 - w_4)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

m_1 ——锥形瓶与六乙酰肌醇干燥恒重后的质量和，单位为克(g)；

m_2 ——锥形瓶干燥恒重质量，单位为克(g)；

0.416 7 ——六乙酰肌醇换算成肌醇的系数；

m ——试样的质量，单位为克(g)；

w_4 ——试样的干燥减量值，%。

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 2.0%。

A.3.2 高效液相色谱法

A.3.2.1 方法提要

试样用水溶解，经高效液相色谱仪检测，外标单点定量。

A.3.2.2 试剂和材料

A.3.2.2.1 蒸馏水：符合 GB/T 6682 规定的一级水。

A.3.2.2.2 乙腈：色谱纯。

A.3.2.2.3 肌醇标准品：纯度 $\geq 98.5\%$ 。

A.3.2.3 仪器和设备

A.3.2.3.1 电子天平：感量为 0.000 1 g。

A.3.2.3.2 高效液相色谱仪，配示差检测器。

A.3.2.4 色谱条件

A.3.2.4.1 色谱柱：钙离子型强阳离子交换柱(300 mm $\times$ 7.8 mm，粒径 9 μ m)，或等同分析效果的色谱柱。

A.3.2.4.2 流动相：水。

A.3.2.4.3 流速：0.5 mL/min。

A.3.2.4.4 进样量：10 μ L。

A.3.2.4.5 柱温：85 $^{\circ}$ C。

A.3.2.4.6 示差检测器温度：35 $^{\circ}$ C。

A.3.2.5 分析步骤

A.3.2.5.1 标准溶液的制备

准确称取 0.5 g 肌醇标准品，精确至 0.000 1 g，置于 10 mL 容量瓶中，加水溶解并定容至刻度。

A.3.2.5.2 样品溶液的制备

准确称取 0.5 g 试样，精确至 0.000 1 g，置于 10 mL 容量瓶中，加水溶解并定容至刻度。

A.3.2.6 测定

在 A.3.2.4 参考色谱条件下，分别对试样溶液和标准溶液进行测定，重复进样两次，分别记录相应色谱图中肌醇的峰面积值。按 A.3.2.7 结果计算中的公式计算试样中肌醇的含量。

A.3.2.7 结果计算

肌醇含量 w_2 , 以质量分数计, 按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{A_1 \times m_4 \times w_3}{A_2 \times m_3 \times (1 - w_4)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

A_1 ——试样溶液色谱图中肌醇的平均峰面积值;

m_4 ——标准溶液中肌醇的质量, 单位为克(g);

w_3 ——标准品的纯度, %;

A_2 ——标准溶液色谱图中肌醇的平均峰面积值;

m_3 ——试样的质量, 单位为克(g);

w_4 ——试样的干燥减量值, %。

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 2.0%。

A.4 钙(Ca)

A.4.1 试剂和材料

草酸铵溶液: 称取草酸铵 3.5 g, 加水溶解, 并定容至 100 mL。

A.4.2 分析步骤

称取试样 1.0 g, 精确至 0.01 g, 加 10 mL 水使溶解, 摇匀, 加 1 mL 草酸铵溶液, 1 min 内应不浑浊。

A.5 氯化物(以 Cl 计)

A.5.1 方法提要

在酸性条件下, 肌醇溶液中的氯离子与硝酸银溶液生成白色氯化银沉淀, 用目测法与标准溶液比较浊度。

A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 硝酸溶液: 1.7 mol/L。取硝酸 105 mL, 加水稀释至 1 000 mL。

A.5.2.2 硝酸银溶液: 0.1 mol/L。称取硝酸银 17.5 g, 用水溶解并定容至 1 000 mL。

A.5.2.3 氯化钠标准溶液: 精密称取 165 mg 氯化钠, 用水溶解并定容至 100 mL。精密量取 10.0 mL 上述氯化钠溶液, 用水稀释并定容至 1 000 mL。每 1 mL 中含 10 μ g 的 Cl^- 。

A.5.3 分析步骤

称取试样约 0.4 g, 精确至 0.000 1 g, 置于 50 mL 纳氏比色管中, 用 20 mL~30 mL 水溶解, 加 10 mL 硝酸溶液和 1 mL 硝酸银溶液, 加水定容至 50 mL。缓慢摇匀, 避光放置 5 min。同时取 2 mL 氯化钠标准溶液, 置于 50 mL 纳氏比色管中, 加 10 mL 硝酸溶液和 1 mL 硝酸银溶液, 加水定容至 50 mL。缓慢摇匀, 避光放置 5 min。将两者同置于黑色背景下, 从比色管上方向下观察, 试样溶液的浑浊不得深于对照溶液, 即为试样中的氯化物小于 0.005%。

A.6 硫酸盐(以 SO_4 计)

A.6.1 方法原理

在酸性条件下,肌醇溶液中的硫酸根离子与氯化钡溶液生成硫酸钡沉淀,用目测法与标准溶液比较浊度。

A.6.2 试剂和材料

A.6.2.1 盐酸溶液:2.7 mol/L。移取盐酸 226 mL,用水稀释至 1 000 mL。

A.6.2.2 氯化钡溶液:称取 12.0 g 氯化钡,用水溶解并稀释定容至 100 mL。

A.6.2.3 标准硫酸盐溶液:精密称取无水硫酸钠 148 mg,加水溶解并稀释至 100 mL。精密量取 10.0 mL 上述溶液用水稀释并定容至 1 000 mL。每 1 mL 含 $10 \mu\text{g SO}_4^{2-}$ 。

A.6.3 分析步骤

称取试样 5 g,精确至 0.01 g,置于 50 mL 纳氏比色管中,用 20 mL~30 mL 水溶解,加 1 mL 盐酸溶液和 3 mL 氯化钡溶液,加水定容至 50 mL。缓慢摇匀,放置 10 min。同时取 30 mL 硫酸盐标准溶液,置于 50 mL 纳氏比色管中,加 1 mL 盐酸溶液和 3 mL 氯化钡溶液,加水定容至 50 mL。缓慢摇匀,放置 10 min。将两者同置于黑色背景下,从比色管上方向下观察,试样溶液的浑浊不得深于对照溶液,即为试样中的硫酸盐小于 0.006%。

A.7 灼烧残渣

A.7.1 试剂和材料

硫酸。

A.7.2 仪器和设备

A.7.2.1 马弗炉。

A.7.2.2 电炉。

A.7.2.3 坩埚。

A.7.3 分析步骤

称取试样 2 g,精确至 0.000 1 g,置于已炽灼至恒重的坩埚内,用电炉缓缓加热,直至样品完全炭化不冒烟为止,冷却。用适量硫酸浸润残渣,继续加热至硫酸蒸汽逸尽。将坩埚置于马弗炉中,800 °C ± 25 °C 下灼烧 15 min 并至恒重,称重。

A.7.4 计算

灼烧残渣的质量分数 w_5 按式(A.3)计算:

$$w_5 = \frac{m_5 - m_6}{m_7} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

m_5 ——坩埚和残渣的质量,单位为克(g);

m_6 ——坩埚的质量,单位为克(g);

m_7 ——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算术平均值的 5%。

附 录 B
肌醇液相色谱图

B.1 肌醇标准品参考液相色谱图如图 B.1 所示。

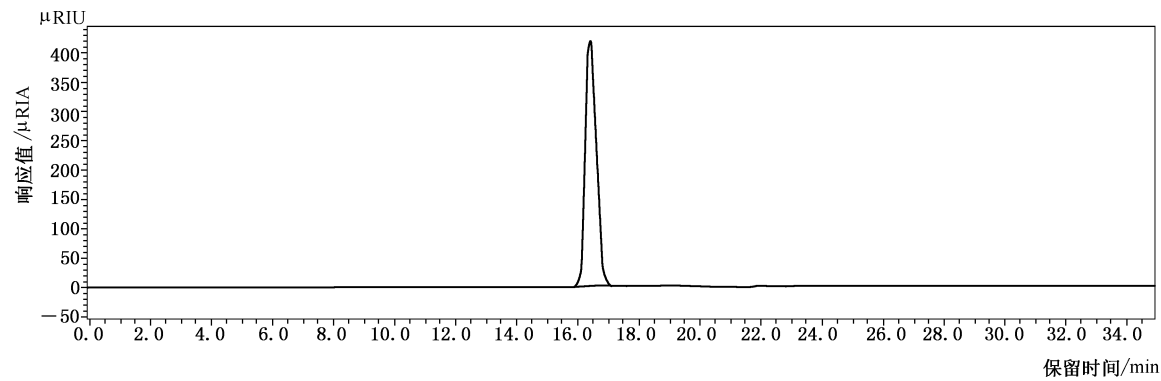


图 B.1 肌醇标准品液相色谱图

B.2 肌醇样品参考液相色谱图如图 B.2 所示。

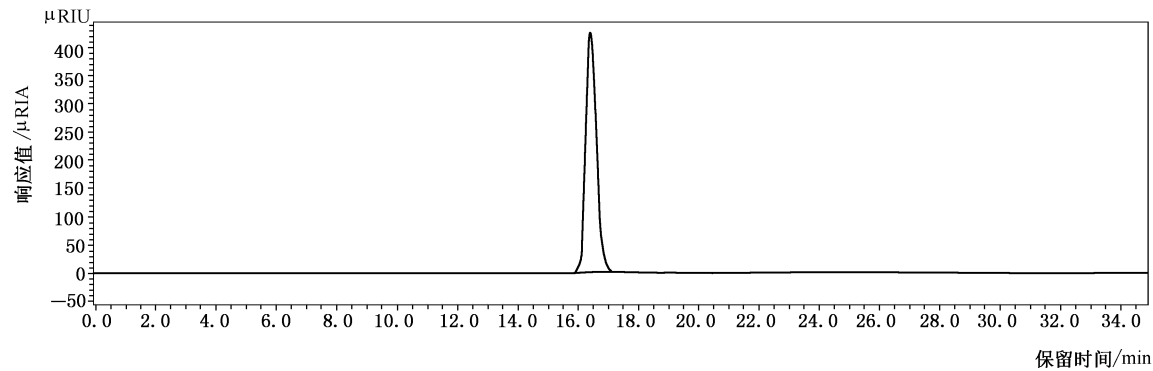


图 B.2 肌醇样品液相色谱图