



中华人民共和国国家标准

GB 1903.45—2020

食品安全国家标准

食品营养强化剂 烟酰胺

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 烟酰胺

1 范围

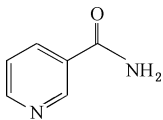
本标准适用于以烟酸甲酯(或烟酸乙酯,或 3-甲基吡啶,或 3-氰基吡啶,或 2-甲基-1,5-戊二胺)为原料,经过相应化学合成工艺生产而得到的食品营养强化剂烟酰胺。

2 化学名称、结构式、分子式和相对分子质量

2.1 化学名称

3-吡啶甲酰胺

2.2 结构式



2.3 分子式

C₆H₆N₂O

2.4 相对分子质量

122.13(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	取适量试样均匀置于清洁、干燥的白瓷盘或透明烧杯中,在自然光下,观察其色泽和状态,嗅其气味
状态	结晶性颗粒或粉末	
气味	无臭或几乎无臭	

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
烟酰胺含量(以干基计), $w/\%$	$\geq$ 99.0	附录 A 中 A.3
吸收系数 $E_{1\text{ cm}}^{1\%}$ (261 nm)	417~443	附录 A 中 A.4
吸光度比(245 nm/261 nm)	0.63~0.67	附录 A 中 A.5
熔点/ $^{\circ}\text{C}$	128~131	GB/T 617
pH(100 g/L)	5.5~7.5	GB/T 9724
干燥减量, $w/\%$	$\leq$ 0.5	附录 A 中 A.6
灼烧残渣, $w/\%$	$\leq$ 0.1	GB/T 9741 ^a
铅(以 Pb 计)/(mg/kg)	$\leq$ 2.0	GB 5009.12 或 GB 5009.75
溶液的澄清度与颜色	通过试验	附录 A 中 A.7
易炭化物	通过试验	附录 A 中 A.8
有关物质	通过试验	附录 A 中 A.9
^a 1.0 g~2.0 g 试样,灼烧温度为 700 $^{\circ}\text{C}$ ~800 $^{\circ}\text{C}$ 。		

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 颜色反应

A.2.1.1 试剂和材料

A.2.1.1.1 氢氧化钠溶液:称取 4.3 g 氢氧化钠,加 100 mL 水,搅拌,使其溶解、混匀。

A.2.1.1.2 酚酞指示液。

A.2.1.1.3 硫酸溶液:量取 57 mL 硫酸,缓慢加入到水中,并加水稀释至 1 000 mL,混匀。

A.2.1.1.4 硫酸铜溶液:称取 12.5 g 五水硫酸铜,加 100 mL 水,搅拌,使其溶解、混匀。

A.2.1.2 分析步骤

称取 0.1 g 试样(精确至 0.01 g),加 5 mL 水溶解,加 5 mL 氢氧化钠溶液,缓缓加热,应产生氨气并使湿润的红色石蕊试纸变蓝(与烟酸的区别)。继续加热至氨臭完全除去,放冷,加 1 滴~2 滴酚酞指示液,用硫酸溶液中和,加 2 mL 硫酸铜溶液,应缓缓析出淡蓝色的沉淀。

A.2.2 红外光谱试验

采用溴化钾压片法,按照 GB/T 6040 进行试验,试样的红外光谱图应与烟酰胺标准品红外光谱图一致(烟酰胺标准品红外光谱图见图 B.1)。

A.2.3 紫外吸收

A.2.3.1 仪器和设备

紫外分光光度计。

A.2.3.2 试样溶液的制备

称取试样 0.1 g(精确至 0.01 g),用蒸馏水溶解并定容至 100 mL,摇匀,吸取溶液 2.00 mL,用蒸馏水稀释并定容至 100 mL,摇匀,作为试样溶液备用。

A.2.3.3 分析步骤

将试样溶液(A.2.3.2)注入 1 cm 石英比色皿,以蒸馏水为空白测定波长 261 nm、245 nm 处的吸光度,在 261 nm 波长处应有最大吸收值,在 245 nm 波长处应有最小吸收值。

A.3 烟酰胺含量(以干基计)的测定

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 高氯酸(HClO_4):优级纯。

A.3.1.2 高氯酸标准滴定溶液: $c(\text{HClO}_4)=0.1\text{ mol/L}$ 。

A.3.1.3 冰乙酸。

A.3.1.4 水:GB/T 6682 规定的一级水。

A.3.1.5 5 g/L 结晶紫指示液:称取结晶紫 0.5 g,加冰乙酸 100 mL 使溶解,即得。

A.3.1.6 甲醇(CH_3OH):色谱纯。

A.3.1.7 异丙醇($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$):色谱纯。

A.3.1.8 庚烷磺酸钠($\text{C}_7\text{H}_{15}\text{NaO}_3\text{S}$):色谱纯。

A.3.1.9 烟酰胺($\text{C}_6\text{H}_6\text{N}_2\text{O}$)标准品:质量分数大于 99.0%,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

A.3.2 仪器和设备

A.3.2.1 高效液相色谱仪,配紫外检测器。

A.3.2.2 电位滴定仪。

A.3.2.3 电子天平:精度为 0.000 1 g。

A.3.2.4 pH 计:精度为 0.01。

A.3.3 分析步骤

A.3.3.1 高氯酸滴定法

A.3.3.1.1 指示剂滴定法

A.3.3.1.1.1 方法提要

以结晶紫为指示剂,用高氯酸标准溶液滴定试样,根据高氯酸标准滴定液的用量,计算烟酰胺含量。

A.3.3.1.1.2 分析步骤

称取 0.1 g 试样(精确至 0.000 1 g),加 30 mL 冰乙酸溶解(如有必要,稍微加温使其完全溶解)。加入 1 滴~2 滴结晶紫指示液,用高氯酸标准滴定溶液滴定至溶液变为蓝绿色,30 s 内不褪色,即为滴定终点。同时做空白试验。

A.3.3.1.2 电位滴定法

A.3.3.1.2.1 方法提要

以甘汞电极为参比电极,非水相酸碱滴定玻璃电极为指示电极,用高氯酸标准溶液滴定试样。根据电位的“突跃”,确定滴定终点。根据高氯酸标准滴定液的用量,计算烟酰胺含量。

A.3.3.1.2.2 分析步骤

称取 0.1 g 试样(精确至 0.000 1 g),加 30 mL 冰乙酸溶解(如有必要,稍微加温使其完全溶解;如冰乙酸不能淹没电极,可适当增加冰乙酸)。用电位滴定仪以高氯酸标准滴定溶液滴定,同时做空白试验。

A.3.3.2 液相色谱法

A.3.3.2.1 方法提要

将试样用水溶解,以 C_{18} 色谱柱分离,紫外检测器于 261 nm 波长处检测,根据色谱峰的保留时间定性,外标法定量,计算试样中烟酰胺含量。

A.3.3.2.2 液相色谱参考条件

参考条件如下:

- a) 色谱柱: C_{18} (粒径 5 μm , 250 mm $\times$ 4.6 mm), 或具有同等性能的色谱柱。
- b) 紫外检测器: 检测波长为 261 nm。
- c) 流动相: 将甲醇 70 mL、异丙醇 20 mL、庚烷磺酸钠 1 g, 用 910 mL 水溶解并混匀后, 用高氯酸调 pH 至 2.1 ± 0.1 , 经 0.45 μm 膜过滤。
- d) 流速: 1.0 mL/min。
- e) 进样量: 20 μL 。
- f) 柱温: 室温。

A.3.3.2.3 试样溶液的制备

准确称取 0.1 g 试样(精确至 0.000 1 g), 置于 100 mL 容量瓶中, 用流动相溶解并定容至刻度, 混匀; 再准确吸取 10 mL 于 100 mL 容量瓶中, 加流动相定容至刻度, 混匀, 作为试样溶液。

A.3.3.2.4 标准溶液的制备

准确称量 0.1 g(精确至 0.000 1 g) 烟酰胺标准品, 置于 100 mL 容量瓶中, 用流动相溶解并定容至刻度, 混匀; 再准确吸取 10 mL 至 100 mL 容量瓶中, 用流动相定容至刻度, 混匀, 作为标准品溶液。

A.3.3.2.5 测定

按照已经确立的色谱条件, 将烟酰胺标准品溶液及试样溶液, 分别注入液相色谱进行测定。记录色谱峰面积。

A.3.4 结果计算

A.3.4.1 高氯酸滴定法

试样中烟酰胺含量(以干基计)的质量分数 w_1 , 按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{c \times (V_1 - V_2) \times M}{1\,000 \times m \times (1 - w)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

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 ——烟酰胺的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol), [$M(C_6H_6N_2O) = 122.13$];
- 1 000 ——体积换算系数;
- m ——试样的质量, 单位为克(g);
- w ——试样干燥减量的质量分数, %。

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

值不大于算术平均值的 0.5%。

A.3.4.2 液相色谱法

试样中烟酰胺含量(以干基计)的质量分数 w_2 ,按(A.2)式计算:

$$w_2 = \frac{A_i \times c_s \times V}{A_s \times m \times (1 - w)} \times \frac{100}{1\,000} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

- A_i —— 试样溶液中烟酰胺的峰面积;
- c_s —— 标准品溶液中烟酰胺的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V —— 定容体积,单位为毫升(mL);
- A_s —— 标准品溶液中烟酰胺的峰面积;
- m —— 试样的质量,单位为克(g);
- w —— 试样干燥减量的质量分数,%;
- 100 —— 系数,将结果转换为%;
- 1 000 —— 换算系数,将毫克转换为克。

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 0.5%。

A.4 吸收系数 $E_{1\text{ cm}}^{1\%}$ (261 nm)的测定

A.4.1 方法原理

通过测定试样溶液在特定波长处的吸收系数来表示试样的纯度。

A.4.2 试剂和材料

盐酸溶液:0.1 mol/L。

A.4.3 仪器和设备

A.4.3.1 1 cm 石英比色皿。

A.4.3.2 紫外分光光度计。

A.4.3.3 电子天平,精度为 0.000 1 g。

A.4.4 分析步骤

准确称取试样 0.15 g(精确至 0.000 1 g),用盐酸溶液定容至 100 mL,混匀;再量取 1.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加盐酸溶液定容至刻度,混匀,即为试样溶液。将试样溶液注入 1 cm 石英比色皿,以盐酸溶液为参比液,用分光光度计在波长 261 nm 处,测定其吸收系数($E_{1\text{ cm}}^{1\%}$)。

A.4.5 结果计算

吸收系数 $E_{1\text{ cm}}^{1\%}$ 按式(A.3)计算:

$$E_{1\text{ cm}}^{1\%} = \frac{A}{m} \times 100 \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

- A ——吸光度;
- 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算术平均值的 2%。

A.5 吸光度比

A.5.1 仪器和设备

紫外分光光度计。

A.5.2 分析步骤

将试样溶液(A.2.3.2)注入 1 cm 石英比色皿,分别测定在波长 245 nm、261 nm 下的吸光度。

注:吸收峰波长应在规定的波长±2 nm 以内,以出现波峰、波谷处作为测定波长。

A.5.3 结果计算

紫外吸光度比值 X 按式(A.4)计算:

$$X = \frac{A_{245}}{A_{261}} \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

A_{245} ——试样溶液在波长 245 nm 处测得的吸光度;

A_{261} ——试样溶液在波长 261 nm 处测得的吸光度。

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 1%。

A.6 干燥减量

A.6.1 仪器和设备

A.6.1.1 真空干燥箱。

A.6.1.2 电子天平,精度为 0.000 1 g。

A.6.1.3 称量瓶。

A.6.2 分析步骤

称取试样 1 g(精确至 0.000 1 g),置于干燥至恒重的称量瓶(连续两次干燥后称重的差异在 0.3 mg 以下)中,厚度不超过 5 mm,置于以五氧化二磷为干燥剂的真空干燥箱中。抽出真空干燥箱内的空气,压力保持在 2.67 kPa 以下并在室温下维持 18 h。取出称量瓶,盖上瓶盖,置干燥器中放冷,然后称定重量(精确至 0.000 1 g)。由减失的重量和取样量计算试样的干燥失重。

注:减压条件下,瓶盖不应放在真空干燥箱中,以免破裂。

A.6.3 结果计算

干燥减量的质量分数 w_3 ,按式(A.5)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100\% \dots\dots\dots (A.5)$$

式中:

m_1 ——干燥前试样的质量,单位为克(g);

m_2 ——干燥后试样的质量,单位为克(g)。

A.7 澄清度与颜色

A.7.1 仪器和设备

电子天平,精度为 0.01 g。

A.7.2 分析步骤

取 1 g 试样(精确至 0.01 g),加 10 mL 水溶解,溶液澄清无色为通过试验。

A.8 易炭化物

A.8.1 方法提要

将试样溶解于硫酸溶液中,并与对照溶液比较,颜色不得更深。

A.8.2 试剂和材料

A.8.2.1 硫酸。

A.8.2.2 氨试液:量取 40 mL 浓氨水,加水稀释至 100 mL,混匀。

A.8.2.3 盐酸:分析纯。

A.8.2.4 比色用氯化钴溶液:称取 32.5 g 六水氯化钴($\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)(精确至 0.000 1 g),加适量的盐酸溶液(1→40)使之溶解成 500 mL,量取 2.00 mL,置于锥形瓶中,加 200 mL 水混匀,加氨溶液至溶液由浅红色转变至绿色后,加醋酸-醋酸钠缓冲液(pH6.0)10 mL,加热至 60 °C,再加 5 滴二甲酚橙指示溶液,用乙二胺四乙酸二钠滴定溶液(0.05 mol/L)滴定至显黄色。每 1 mL 乙二胺四乙酸二钠滴定溶液(0.05 mol/L)相当于 11.90 mg 的六水氯化钴。根据上述测定结果,在剩余的原溶液中加入适量的盐酸溶液(1→40),使每 1 mL 溶液中含 59.5 mg 的六水氯化钴,即得。

A.8.2.5 比色用重铬酸钾溶液:称取 0.4 g 经 120 °C 干燥至恒重的基准重铬酸钾(精确至 0.000 1 g),置于 500 mL 容量瓶中,加适量水溶解并稀释至刻度,摇匀,即得。每 1 mL 溶液中含 0.800 mg 的重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)。

A.8.2.6 比色用硫酸铜溶液:称取五水硫酸铜 32.5 g(精确至 0.001 g),加适量的盐酸溶液(1→40)使之溶解成 500 mL,量取 10.00 mL,置于碘量瓶中,加 50 mL 水、4 mL 醋酸(冰乙酸)与 2 g 碘化钾,用硫代硫酸钠滴定液(0.1 mol/L)滴定,至近终点时,加 2 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失。每 1 mL 硫代硫酸钠滴定溶液(0.1 mol/L)相当于 24.97 mg 的 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 。根据上述测定结果,在剩余的原溶液中加入适量的盐酸溶液(1→40),使每 1 mL 溶液中含 62.4 mg 的 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$,即得。

A.8.2.7 对照溶液:量取 1.0 mL 比色用氯化钴溶液、2.5 mL 比色用重铬酸钾溶液、1.0 mL 比色用硫酸铜溶液,用水稀释至 50 mL。

注:可使用商品化的比色液。

A.8.3 分析步骤

取内径一致的比色管两支:甲管中加 5 mL 对照溶液,乙管中加 5 mL 硫酸后,分次缓缓加入试样 0.2 g(精确至 0.01 g),振摇使之溶解。静置 15 min 后,将甲乙两管同置于白色背景前,平视观察。

A.8.4 结果判定

乙管所显颜色与甲管所显颜色比较,乙管颜色不深于甲管颜色为通过试验。

A.9 有关物质

A.9.1 试剂和材料

A.9.1.1 无水乙醇,分析纯。

A.9.1.2 烟酸:质量分数大于 99.0%,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

A.9.1.3 展开剂:三氯甲烷-无水乙醇-水(48:45:4)。

A.9.2 仪器和设备

A.9.2.1 紫外灯(波长 254 nm)。

A.9.2.2 电子天平:精度为 0.000 1 g。

A.9.2.3 微量注射器:5 μ L。

A.9.2.4 展开槽。

A.9.2.5 电吹风机。

A.9.2.6 薄层板,GF₂₅₄。

A.9.3 分析步骤

A.9.3.1 试样制备

A.9.3.1.1 称取 1.0 g 试样(精确至 0.001 g),加无水乙醇溶解并定容至 25 mL(每 1 mL 中约含 40 mg 的溶液),作为试样溶液 A。量取 0.5 mL 试样溶液 A,加无水乙醇稀释并定容至 100 mL,即为对照溶液(I)。量取 10 mL 对照溶液(I),加乙醇稀释并定容至 20 mL,即为对照溶液(II)。

A.9.3.1.2 称取 0.1 g 烟酸(精确至 0.001 g),加无水乙醇溶解并定容至 50 mL,混匀,即为烟酸中间储备溶液。吸取烟酸中间储备溶液 2.5 mL,用无水乙醇稀释并定容至 25 mL,混匀(每 1 mL 中约含 0.2 mg 的烟酸),即为对照品溶液。

A.9.3.1.3 分别量取 10 mL 烟酸中间储备溶液(A.9.3.1.2)、2.5 mL 试样溶液 A,混匀,用无水乙醇稀释并定容至 100 mL,即为对照溶液(III)。

A.9.3.2 分析步骤

分别吸取 A.9.3.1 中的试样溶液 A、对照溶液(I)、对照溶液(II)、对照溶液(III)、对照品溶液 5 种溶液各 5 μ L,分别点于同一硅胶 GF₂₅₄ 薄层板上,以三氯甲烷-无水乙醇-水(48:45:4)为展开剂,展开,晾干,置紫外光灯(254 nm)下检视。

A.9.3.3 结果判定

对照溶液(III)应显示两个清晰分离的斑点;对照溶液(II)应显示一个清晰可见的斑点;试样溶液 A 如显与对照品溶液相应的杂质斑点,其颜色不得比对照品溶液的主斑点更深;如显其他杂质斑点,与对照溶液(I)的主斑点比较,不深于溶液(I)的主斑点为通过试验。

附 录 B

烟酰胺标准品红外光谱图和烟酰胺溶液的液相色谱图

B.1 烟酰胺标准品红外光谱图参见图 B.1。

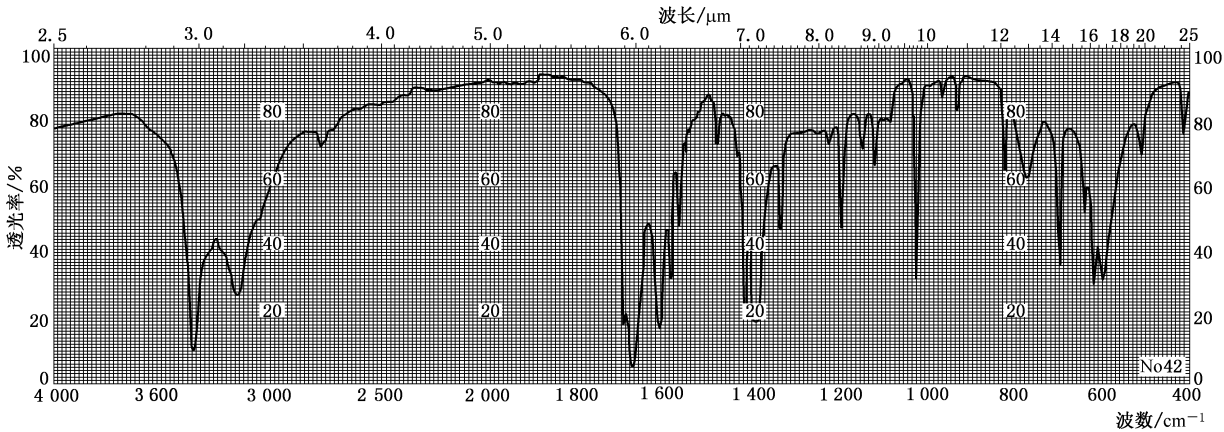


图 B.1 烟酰胺标准品红外光谱图

B.2 烟酰胺溶液的液相色谱图参见图 B.2。

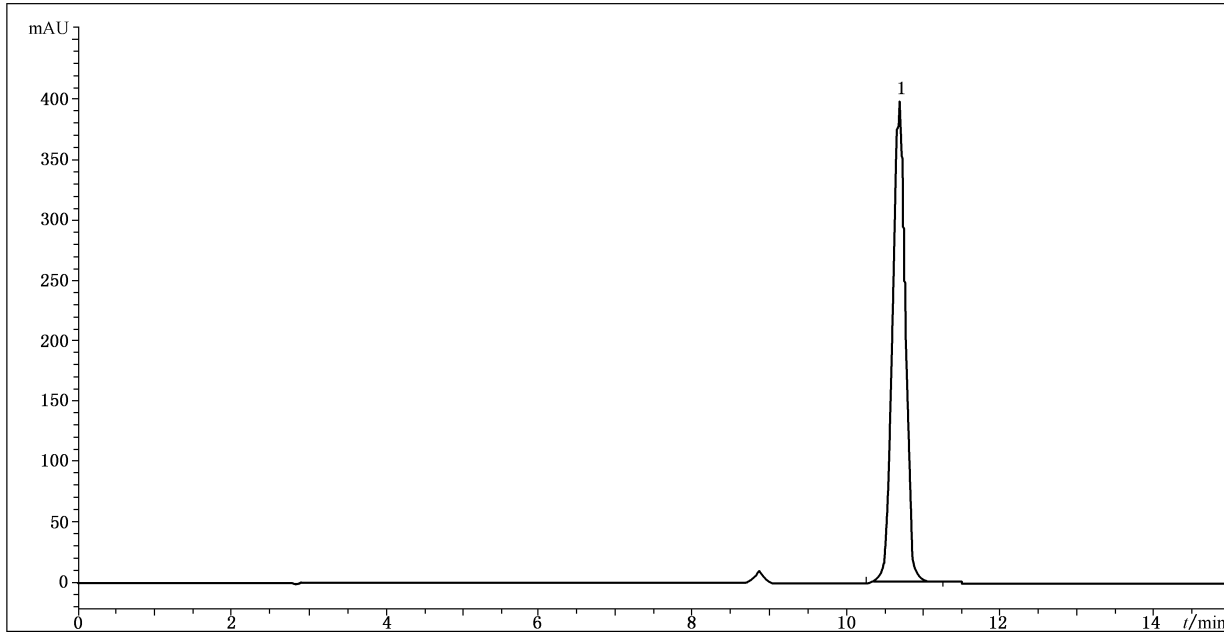


图 B.2 烟酰胺溶液的液相色谱图