

β-羟基-β-甲基丁酸钙拟公告文本

中文名称	β-羟基-β-甲基丁酸钙
英文名称	Calcium β-hydroxy-β-methyl butyrate (CaHMB)
基本信息	<p>结构式:</p> $\left(\begin{array}{c} \text{OH} \\ \\ \text{CH}_3-\text{C}-\text{CH}_2-\text{C}-\text{O} \\ \\ \text{CH}_3 \end{array} \right)_2 \text{Ca} \cdot \text{H}_2\text{O}$ <p>分子式: $\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{O}_6\text{Ca} \cdot \text{H}_2\text{O}$ 分子量: 292</p>
生产工艺简述	以次氯酸钠、二丙酮醇、盐酸、乙酸乙酯、乙醇、氢氧化钙为主要原料,经氧化合成、酸化、萃取、中和反应、离心、干燥等工艺制成。
推荐食用量	≤6 克/天
其他需要说明的情况	<ol style="list-style-type: none"> 1. 使用范围: 饮料、乳及乳制品、可可制品、巧克力及巧克力制品、糖果、烘焙食品、运动营养食品、特殊医学用途配方食品。 2. 婴幼儿、儿童、孕妇及哺乳期妇女不宜食用,标签、说明书应当标注不适宜人群和食用限量。 3. 质量规格和食品安全指标见附录。

附录

1.1 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
性状	白色粉末	取适量试样置于 50ml 烧杯或白色瓷盘中，在自然光下观察色泽和状态。嗅其气味，用温开水漱口，品其滋味。
滋味、气味	产品特有的滋、气味，无异味	
杂质	无正常视力可见杂质	

1.2 理化指标

理化指标应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项 目	要 求	检验方法
β -羟基- β -甲基丁酸, g/100g	77 ~ 82	附录 A
钙, g/100g	12 ~ 16	GB 5009.92
水分, g/100g	5.0 ~ 7.5	GB 5009.3
2,3-二羟基-3-甲基丁酸, %	\leq 4.5	附录 B
2-羟基-3-甲基-2-丁烯酸, %	\leq 8.0	附录 B
铅 (Pb), mg/kg	\leq 0.4	GB 5009.12
总砷 (As), mg/kg	\leq 0.3	GB 5009.11
三氯甲烷, g/100g	\leq 1.0	附录 D

1.3 微生物限量

微生物限量应符合表 3 的规定。

表 3 微生物限量

项 目	采样方案 ^a 及限量, CFU/g				检验方法
	n	c	m	M	
菌落总数	5	2	100	1000	GB 4789.2
大肠菌群	5	2	10	100	GB 4789.3 平板计数法
沙门氏菌	5	0	0/25g	-	GB 4789.4
金黄色葡萄球菌	5	2	10	100	GB 4789.10 平板计数法

^a样品的采样及处理按 GB 4789.1 执行。

附录 A

β -羟基- β -甲基丁酸的检测

A.1 原理

样品经溶解，采用反相高效液相色谱分离，紫外检测器检测，外标法定量。

A.2 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用的所有试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

A.2.1 磷酸二氢钾。

A.2.2 乙腈：色谱纯。

A.2.3 磷酸：85%。

A.2.4 氢氧化钾。

A.2.5 盐酸：36.0%~38.0%。

A.2.6 盐酸溶液（0.1 mol/L）：移取 8.3 mL 盐酸，小心注入已加入适量水的容量瓶中，用水定容至 1000 mL，混匀。

A.2.7 氢氧化钾溶液（1.0 mol/L）：称取 56.0 g 氢氧化钾，加适量水溶解，并用水定容至 1000 mL，混匀。

A.2.8 β -羟基- β -甲基丁酸标准品（CAS 号：625-08-1）：纯度 $\geq 95\%$ 。

A.2.9 尼龙滤膜：0.22 μm 。

A.2.10 流动相 A

称取 2.60 g 磷酸二氢钾至 1 L 烧杯中，加入 950 mL 水，搅拌直至完全溶解，再加入 50 mL 乙腈，搅匀。用约 0.25g 磷酸

(85%), 调节 pH 至 2.90 ± 0.02 ; 如果溶液 pH 低于 2.88, 再用氢氧化钾溶液 (1.0 mol/L) 调节 pH 至范围内。用 $0.22 \mu\text{m}$ 的尼龙滤膜脱气过滤。

A.2.11 流动相 B

分别量取 800 mL 乙腈和 200 mL 水, 加入试剂瓶中, 混和均匀。用 $0.22 \mu\text{m}$ 的尼龙滤膜脱气过滤, 置于密闭容器中。

A.3 仪器和设备

A.3.1 高效液相色谱仪: 配紫外检测器或二极管阵列检测器。

A.3.2 电子天平: 感量为 0.0001 g。

A.4 分析步骤

A.4.1 标准溶液的制备

A.4.1.1 β -羟基- β -甲基丁酸标准储备液 (1.8 mg/mL)

称取 β -羟基- β -甲基丁酸标准品 0.18 g (精确至 0.0001 g) 于烧杯中, 0.1 mol/L 盐酸溶液溶解后转移到 100 mL 容量瓶中。用盐酸溶液溶解并定容。

A.4.1.2 β -羟基- β -甲基丁酸标准工作液

分别吸取 β -羟基- β -甲基丁酸标准品储备液 1.25 mL、2.5 mL、5 mL 和 10 mL 于 10 mL 容量瓶, 用盐酸溶液定容, 混合均匀, 得到浓度分别为 0.225 mg/mL、0.45 mg/mL、0.90 mg/mL 和 1.80 mg/mL 的标准工作液。

A.4.2 试样溶液的制备

称取 β -羟基- β -甲基丁酸钙样品 0.14 g (精确到 0.0001 g)

于烧杯中，用 0.1 mol/L 盐酸溶液溶解后转移到 100 mL 容量瓶中。用盐酸溶液溶解并定容。

A.4.3 液相色谱参考条件

A.4.3.1 色谱柱：C₁₈色谱柱，规格250 mm×4.6 mm×5 μm或其他等效色谱柱。

A.4.3.2 柱温：20°C。

A.4.3.3 流速：0.5 mL/min。

A.4.3.4 进样量：5 μL。

A.4.3.5 波长：214 nm。

A.4.3.6 流动相：梯度洗脱程序见表A.1。

表A.1 梯度洗脱程序

时间 (min)	0	0→20	20→20.1	20.1→25	25→25.1	25.1→45
A%	100	100	100→0	0	0→100	100
B%	0	0	0→100	100	100→0	0

A.4.4 标准曲线

在规定色谱条件下，按照浓度从低到高，取各标准工作液 5 μL 注入色谱仪进行测定。β-羟基-β-甲基丁酸的反相高效液相参考色谱图见图 C.1。计算各标准工作液的峰面积。以峰面积为纵坐标，以标准工作液浓度为横坐标，绘制得到 β-羟基-β-甲基丁酸的标准曲线。

A.4.5 试样溶液的测定

在规定色谱条件下，取试样溶液 5 μL 注入色谱仪进行测定。计算试样溶液中 β-羟基-β-甲基丁酸的峰面积，从标准曲线

查得试样溶液中 β -羟基- β -甲基丁酸的浓度。

A.5 结果计算

样品中 β -羟基- β -甲基丁酸的含量按式 (A.1) 计算。

$$\omega = \frac{\rho \times V}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

ω —— 样品中 β -羟基- β -甲基丁酸含量, 单位为克每百克 (g/100g);

ρ —— 试样溶液中 β -羟基- β -甲基丁酸的浓度, 单位为毫克每毫升 (mg/mL);

V —— 试样定容体积, 单位为毫升 (mL);

m —— 试样的质量, 单位为毫克 (mg);

100 —— 换算系数。

平行测定结果取算术平均值, 结果保留至整数位。

A.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的相对标准偏差不大于 1.0%。

附录 B

2,3-二羟基-3-甲基丁酸及 2-羟基-3-甲基-2-丁烯酸的检测

B.1 原理

样品中的 2,3-二羟基-3-甲基丁酸、2-羟基-3-甲基-2-丁烯酸和 β -羟基- β -甲基丁酸经反相高效液相色谱分离，紫外检测器检测。以试样溶液中 β -羟基- β -甲基丁酸作为对照，采用相对保留时间定性试样溶液中的 2,3-二羟基-3-甲基丁酸和 2-羟基-3-甲基-2-丁烯酸，峰面积归一定量。

B.2 试剂和材料

同附录 A.2。

B.3 仪器和设备

同附录 A.3。

B.4 分析步骤

B.4.1 标准溶液的制备

同 A.4.1.1。

B.4.2 试样溶液的制备

称取 β -羟基- β -甲基丁酸钙样品 0.56 g（精确到 0.0001 g）于烧杯中，用 0.1 mol/L 盐酸溶液溶解后转移到 100 mL 容量瓶中，加入盐酸溶液溶解并定容。

B.4.3 液相色谱参考条件

B.4.3.1 色谱柱： C_{18} 色谱柱，规格 250 mm×4.6 mm×5 μ m 或其他等效色谱柱。

B.4.3.2 柱温：20°C。

B.4.3.3 流速：0.5 mL/min。

B.4.3.4 进样量：5 μ L。

B.4.3.5 波长：192 nm。

B.4.3.6 流动相：同A.4.3.6。梯度洗脱程序同表A.1。

B.4.4 分析步骤

在规定色谱条件下，取盐酸溶液、 β -羟基- β -甲基丁酸标准溶液和试样溶液各 5 μ L，分别注入色谱仪进行测定。以试样溶液中 β -羟基- β -甲基丁酸作为对照，采用相对保留时间（即试样溶液中某组分的保留时间与试样溶液中 β -羟基- β -甲基丁酸的保留时间的比值）定性 2,3-二羟基-3-甲基丁酸和 2-羟基-3-甲基-2-丁烯酸（表 B.2）。分别计算试样溶液中 2,3-二羟基-3-甲基丁酸、2-羟基-3-甲基-2-丁烯酸和 β -羟基- β -甲基丁酸的峰面积，用面积归一法计算 2,3-二羟基-3-甲基丁酸和 2-羟基-3-甲基-2-丁烯酸的含量。

β -羟基- β -甲基丁酸标准溶液的反相高效液相参考色谱图见图 C.2。试样溶液中 2,3-二羟基-3-甲基丁酸、2-羟基-3-甲基-2-丁烯酸和 β -羟基- β -甲基丁酸的反相高效液相参考色谱图见图 C.3。

表B.2 相对保留时间参考值

组分	相对保留时间
2,3-二羟基-3-甲基丁酸	0.5
2-羟基-3-甲基-2-丁烯酸	0.9
β -羟基- β -甲基丁酸	1.0

B.5 结果计算

样品中 2,3-二羟基-3-甲基丁酸的含量 X_1 按式 (B.1) 计算。

$$X_1 = \frac{A_1}{\sum A_i} \times 100 \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

X_1 —— 样品中 2,3-二羟基-3-甲基丁酸的含量, 单位为%;

A_1 —— 试样溶液中 2,3-二羟基-3-甲基丁酸的峰面积;

$\sum A_i$ —— β -羟基- β -甲基丁酸、2,3-二羟基-3-甲基丁酸和 2-羟基-3-甲基-2-丁烯酸的峰面积之和。

结果保留一位小数。

样品中 2-羟基-3-甲基-2-丁烯酸的含量按式 (B.2) 计算。

$$X_2 = \frac{A_2}{\sum A_i} \times 100 \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

X_2 —— 样品中 2-羟基-3-甲基-2-丁烯酸的含量, 单位为%;

A_2 —— 试样溶液中 2-羟基-3-甲基-2-丁烯酸的峰面积;

$\sum A_i$ —— β -羟基- β -甲基丁酸、2,3-二羟基-3-甲基丁酸和 2-羟基-3-甲基-2-丁烯酸的峰面积之和。

结果保留一位小数。

附录 C

反相高效液相参考色谱图

C.1 β -羟基- β -甲基丁酸标准溶液的反相高效液相参考色谱图 (214 nm)

β -羟基- β -甲基丁酸标准溶液的反相高效液相参考色谱图
(214 nm) 见图 C.1。

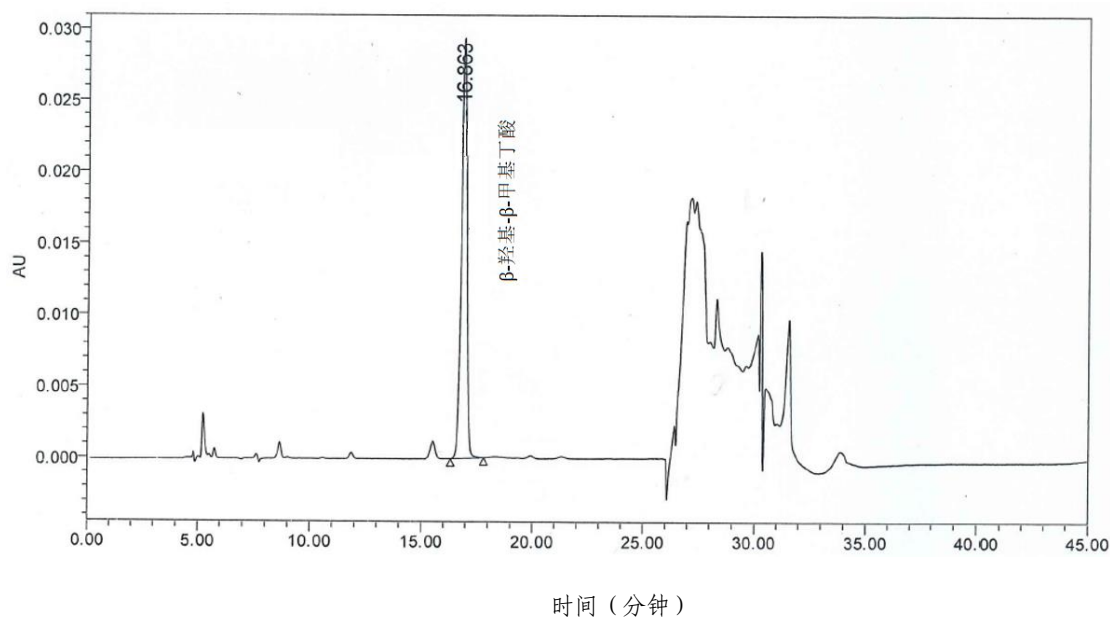


图 C.1 β -羟基- β -甲基丁酸标准溶液的反相高效液相参考色谱图
(214 nm)

C.2 β -羟基- β -甲基丁酸标准溶液的反相高效液相参考色谱图(192 nm)

β -羟基- β -甲基丁酸标准溶液中的反相高效液相参考色谱图
(192 nm) 见图 C.2。

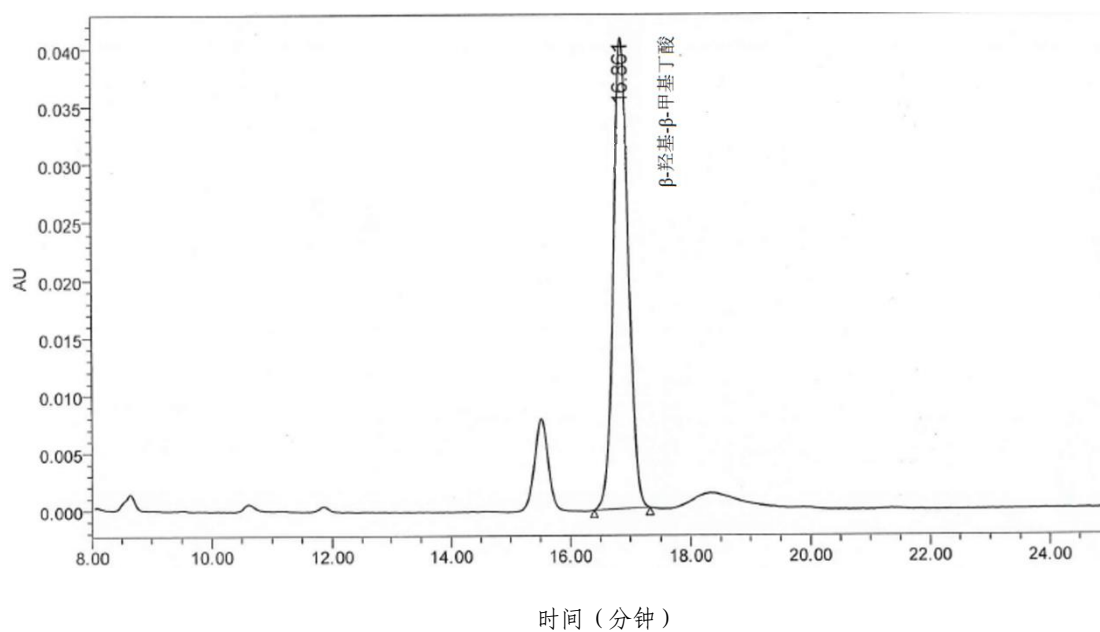


图 C.2 β -羟基- β -甲基丁酸标准溶液的反相高效液相参考色谱图
(192 nm)

C.3 试样溶液中 2,3-二羟基-3-甲基丁酸、2-羟基-3-甲基-2-丁烯酸和 β -羟基- β -甲基丁酸的反相高效液相参考色谱图 (192 nm)

试样溶液中 2,3-二羟基-3-甲基丁酸、2-羟基-3-甲基-2-丁烯酸和 β -羟基- β -甲基丁酸的反相高效液相参考色谱图 (192 nm) 见图 C.3。

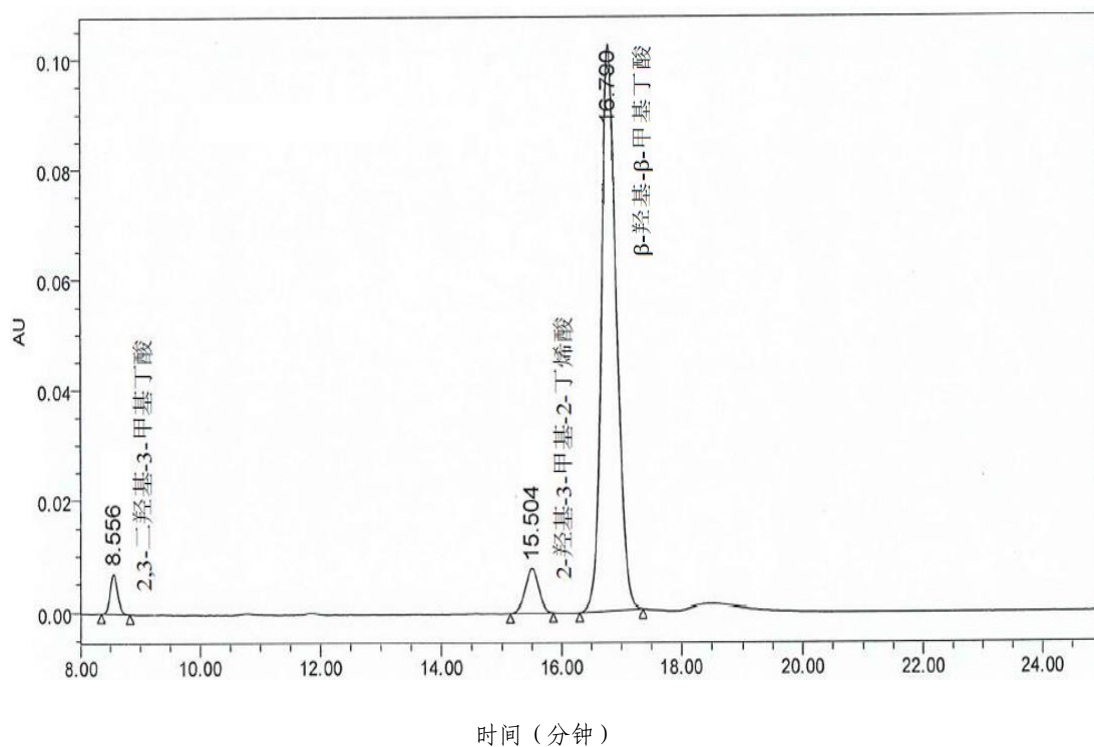


图 C.3 试样溶液中 2,3-二羟基-3-甲基丁酸、2-羟基-3-甲基-2-丁烯酸和 β-羟基-β-甲基丁酸的反相高效液相参考色谱图 (192 nm)

附录 D

三氯甲烷的检测

D.1 原理

样品用水溶解后置于密封的顶空瓶中，在一定的稳定温度下经一定时间的平衡，样品中的三氯甲烷逸至上部空间，并在气液两相中达到动态的平衡，此时，三氯甲烷在气相中的浓度与它在液相中的浓度成正比。通过对气相中三氯甲烷浓度的测定，可计算出样品中三氯甲烷的浓度。

注：其它内容参考 GB/T 5750.8-2006 中 1.2 毛细管气相色谱法，涉及到四氯化碳的内容均不适用。

D.2 试剂和材料

同 GB/T 5750.8-2006 中 1.2.3。

D.3 仪器

同 GB/T 5750.8-2006 中 1.2.4。

D.4 样品

样品的处理：称取样品约 0.2 g 用水溶解，定容至 50 mL 容量瓶中，准确移取 10 mL 于顶空瓶中，于 70℃ 自动顶空平衡 20 min。

D.5 分析步骤

标准使用液的平衡条件为 70℃，20 min。样品及标准使用液进样量为 1 mL。其余同 GB/T 5750.8-2006 中 1.2.6。

D.6 结果的表示

D.6.1 定性结果

同 GB/T 5750.8-2006 中 1.2.7.1。

D.6.2 定量结果

样品中三氯甲烷的含量按式 (D.1) 计算。

$$P = \frac{c \times V \times n}{m \times 1000} \dots\dots\dots (D.1)$$

式中:

P —— 样品中三氯甲烷的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

c —— 标准曲线上查得的试样中三氯甲烷的含量, 单位为微克每升 (ng/mL);

V —— 样品的定容体积, 单位为毫升 (mL);

n —— 样品的稀释倍数;

m —— 样品的称样量, 单位为克 (g);

1000 —— 单位换算系数。

β -羟基- β -甲基丁酸钙解读材料

β -羟基- β -甲基丁酸钙 (Calcium β -hydroxy-methyl butyrate, CaHMB) 是 β -羟基- β -甲基丁酸 (β -hydroxy- β -methyl butyric acid, HMB) 的钙盐。HMB 广泛存在于多种食物中, 同时也是亮氨酸在人体内的次要代谢产物。本产品是由次氯酸钠、二丙酮醇、盐酸、乙酸乙酯、乙醇、氢氧化钙为主要原料, 经氧化合成、酸化、萃取、中和反应、离心、干燥等工艺制成。目前, β -羟基- β -甲基丁酸钙已被我国、美国、欧盟、日本、新加坡等多个国家和国际组织批准使用。2011 年我国批准 CaHMB 作为新资源食品用于运动营养食品、特殊医学用途配方食品中, 每日食用量不超过 3 g; 2017 年将其使用范围扩大到饮料、乳及乳制品、可可制品、巧克力及巧克力制品、糖果、烘焙食品、运动营养食品、特殊医学用途配方食品中, 每日推荐食用量不超过 3 g。本次申请为扩大使用量, 每日推荐食用量 ≤ 6 g/天。

根据《中华人民共和国食品安全法》和《新食品原料安全性审查管理办法》规定, 国家卫生健康委员会委托审评机构依照法定程序, 组织专家对 β -羟基- β -甲基丁酸钙的安全性评估材料进行审查并通过。新食品原料生产和使用应当符合公告内容以及食品安全相关法规要求。鉴于 β -羟基- β -甲基丁酸钙在婴幼儿、儿童、孕妇和哺乳期妇女人群中的食用安全性资料不足, 从风险预防原则考虑, 上述人群不宜食用, 标签及说明书中应当标注不适宜人群。该原料的食品安全指标按照公告规定执行。