



中华人民共和国国家标准

GB 1886.37—2015

食品安全国家标准

食品添加剂 环己基氨基磺酸钠
(又名甜蜜素)

2015-09-22 发布

2016-03-22 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 12488—2008《食品添加剂 环己基氨基磺酸钠(甜蜜素)》。

本标准与 GB 12488—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 环己基氨基磺酸钠(又名甜蜜素)”。

食品安全国家标准
食品添加剂 环己基氨基磺酸钠
(又名甜蜜素)

1 范围

本标准适用于以葡萄糖为原料经发酵、酯化、转化、精制制得的食品添加剂环己基氨基磺酸钠(又名甜蜜素)。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

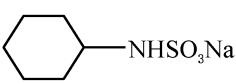
2.1 化学名称

环己基氨基磺酸钠。

2.2 分子式

$C_6H_{12}NNaO_3S \cdot nH_2O$ (无水品 $n=0$, 结晶品 $n=2$)

2.3 结构式



2.4 相对分子质量

无水品 201.22; 结晶品 237.25(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
	无水晶	结晶品	
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,并嗅其味
状态	白色结晶粉末、针状结晶	白色针状、片状结晶	
气味	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
		无水晶	结晶品	
环己基氨基磺酸钠含量(以干基计), $w/\%$	\geq	98.0~101.0		附录 A 中 A.4
硫酸盐(以 SO_4 计), $w/\%$	\leq	0.10		附录 A 中 A.5
pH(100 g/L 水溶液)		5.5~7.5		附录 A 中 A.6
干燥减量, $w/\%$	\leq	0.5	16.5	附录 A 中 A.7
氨基磺酸, $w/\%$	\leq	0.15		附录 A 中 A.8
环己胺, $w/\%$	\leq	0.002 5		附录 A 中 A.9
双环己胺		通过试验		附录 A 中 A.10
吸光值(100 g/L 溶液)	\leq	0.10		附录 A 中 A.11
透明度(以 100 g/L 溶液的透光率表示)/%	\geq	95.0		附录 A 中 A.12
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	\leq	10.0		附录 A 中 A.13
砷(As)/(mg/kg)	\leq	1.0		GB 5009.76

附录 A

检验方法

A.1 警示

本标准的检验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时应小心谨慎。如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。使用剧毒品时,应严格按照有关规定管理;使用时应避免吸入或与皮肤接触,必要时应在通风橱中进行。

A.2 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.3 鉴别试验

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 乙醚。

A.3.1.2 硝酸。

A.3.1.3 硝酸银溶液:17 g/L。

A.3.1.4 亚硝酸钠溶液:100 g/L。

A.3.1.5 盐酸溶液:3→10。

A.3.1.6 硝酸溶液:3→50。

A.3.1.7 氯化钡溶液:50 g/L。

A.3.1.8 氢氧化钠溶液:50 g/L。

A.3.2 分析步骤

A.3.2.1 取铂丝蘸取本品少许,在无色火焰中燃烧,火焰即显黄色。

A.3.2.2 称取 3 g 试样,精确至 0.1g,溶于 20 mL 水中,取出 1 mL,加入硝酸银溶液 2 mL,30 s 后生成环己基氨基硝酸银白色沉淀。

A.3.2.3 称取 0.3 g 试样,精确至 0.1 g,溶于 20 mL 水中,加入亚硝酸钠溶液 5 mL 及盐酸溶液 3 mL,置水浴上加热约 15 min,取出冷却后,加乙醚 20 mL 振摇抽提,将乙醚层放入蒸发皿中,置水浴上蒸发除去乙醚,再加水 1 mL,加硝酸 0.5 mL,置水浴上加热 20 min 后,在沙浴上蒸发至干涸,不炭化。冷后残留物加水 3 mL 溶解,以氢氧化钠溶液及硝酸溶液调 pH 4.5~7.0 后,加入硝酸银 1 mL,生成白色沉淀。加入硝酸呈酸性,白色沉淀溶解。

A.3.2.4 取 A.3.2.3 中抽提后的水层,加入氯化钡溶液 1 mL,生成白色沉淀。

A.4 环己基氨基磺酸钠含量(以干基计)的测定

A.4.1 方法提要

干燥后的试样以冰乙酸为溶剂,在 1-萘酚苯指示液存在下,用高氯酸标准滴定溶液滴定,根据消耗高氯酸标准滴定溶液的体积计算环己基氨基磺酸钠的含量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 冰乙酸。

A.4.2.2 高氯酸标准滴定溶液: $c(\text{HClO}_4)=0.1\text{ mol/L}$ 。

A.4.2.3 1-萘酚苯指示液:2 g/L。称取 1-萘酚苯 0.2 g,溶于冰乙酸中,用冰乙酸稀释至 100 mL。

A.4.3 分析步骤

A.4.3.1 称取干燥后的试样 0.3 g,精确至 0.000 2 g,加冰乙酸 30 mL,加热使之溶解,冷却至室温,加 1-萘酚苯指示液 5 滴~6 滴,用高氯酸标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为绿色为终点。

A.4.3.2 在测定的同时,按与测定相同的步骤,对不加试样而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

A.4.4 结果计算

环己基氨基磺酸钠含量(以干基计)的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

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

式中:

V_1 ——试样消耗高氯酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白消耗高氯酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——高氯酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——环己基氨基磺酸钠的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol),($M=201.22$);

m ——试样的质量,单位为克(g);

1 000 ——体积换算系数。

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 0.3%。

A.5 硫酸盐(以 SO_4 计)的测定

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 盐酸溶液:3→10。

A.5.1.2 氯化钡溶液:250 g/L。

A.5.1.3 硫酸盐(SO_4)标准溶液:0.1 mg/mL。

A.5.2 分析步骤

称取 10.0g 试样,精确至 0.01g,溶于约 60 mL 水中,置于 100 mL 容量瓶中(必要时过滤),用水稀释至刻度,摇匀。移取 5 mL \pm 0.05 mL 该溶液,置于 50 mL 比色管中,加入 1 mL 盐酸溶液,在振摇下滴加 3 mL 氯化钡溶液,用水稀释至 50 mL,摇匀,放置 10 min,所呈浊度不得大于标准比浊液。

标准比浊液是取 5 mL 硫酸盐标准溶液与试样同时同样处理。

A.6 pH(100 g/L 水溶液)的测定

按 GB/T 9724 的规定进行。测定时,称取 10 g 试样,精确至 0.01 g,加无二氧化碳的水至 100 mL 混合均匀后测定。

A.7 干燥减量的测定

A.7.1 方法提要

测定在一定温度下试样中的可挥发性物质的排出量。

A.7.2 分析步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于预先在 105 °C ± 2 °C 干燥至质量恒定的称量瓶中,铺成 5 mm 以下的层。在 105 °C ± 2 °C 的恒温干燥箱中干燥 2 h~4 h,置于干燥器中冷却 30 min 称量,直至恒重。

A.7.3 结果计算

干燥减量的质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{m_2 - m_1}{m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

m_2 ——干燥前试样的质量,单位为克(g);

m_1 ——干燥后试样的质量,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 0.05%。

A.8 氨基磺酸的测定

A.8.1 试剂和材料

A.8.1.1 薄层色谱板:硅胶 60 薄层色谱板,尺寸 20 cm × 20 cm,涂层厚度约 0.25 mm。使用时可裁成长 12 cm × 宽 5 cm,或合适尺寸。

A.8.1.2 展开液:以水:氨水:乙酸乙酯:正丙醇=10:10:20:70 之体积比混合而成。

A.8.1.3 氨基磺酸标准溶液:每 1 mL 含 0.15 mg 氨基磺酸。称取 15 mg 氨基磺酸,溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度。

A.8.1.4 次氯酸钠溶液:1+20。

A.8.1.5 碘化钾-淀粉溶液:称取 0.75 g 碘化钾,用 100 mL 水溶解,加热至沸腾,搅拌下加入淀粉溶液 (14.3 g/L) 35 mL,煮沸 2 min,冷却后使用。

A.8.2 仪器和设备

A.8.2.1 微量进样器(平头):10 μL。

A.8.2.2 展开槽。

A.8.2.3 喷雾瓶。

A.8.3 分析步骤

称取 10 g 试样,精确至 0.01 g,溶于 60 mL 水中,然后置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。在薄层色谱板底端 1 cm 处以铅笔画线。用微量进样器取 2 μ L 试样溶液,点在薄层色谱板画线上。将薄层色谱板竖置于展开槽内,加盖,展开液不超过画线,当展开液展开至薄层色谱板顶端时,立即取出。移入烘箱,在约 105 $^{\circ}$ C 下干燥 5 min,取出,对热板喷雾次氯酸钠溶液,在流通的空气中放置脱氯,至薄层色谱板点试样下方滴一滴碘化钾-淀粉溶液时呈微淡蓝色为止,避免脱氯时间过长,然后对薄层色谱板全面喷雾碘化钾-淀粉溶液,氨基磺酸的斑点就会显示出来,5 min 内观察其斑点颜色不应深于标准。

标准是用微量进样器准确吸取 2 μ L 氨基磺酸标准溶液,与试样同时同样处理。

A.9 环己胺的测定

A.9.1 试剂和材料

A.9.1.1 碱性乙二胺四乙酸二钠溶液:称取乙二胺四乙酸二钠 10 g 和氢氧化钠 3.4 g,加水溶解,并用水稀释至 100 mL。

A.9.1.2 甲基橙硼酸溶液:称取甲基橙 0.2 g 和硼酸 3.5 g,加水 100 mL,置于水浴上加热使其溶解,静置 24 h 以上,使用前过滤。

A.9.1.3 三氯甲烷与正丁醇混合液:20+1。

A.9.1.4 甲醇与硫酸混合液:50+1。

A.9.1.5 环己胺标准溶液:每毫升含 0.002 5 mg 环己胺。称取环己胺 0.1g,精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 容量瓶中,加水 50 mL,加盐酸 0.5 mL,溶解后用水稀释至刻度,摇匀。精确量取 5.0 mL,置另一 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。精确量取此稀释液 5.0 mL,置 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

A.9.2 分析步骤

称取 10 g 试样,精确至 0.1 g,溶于约 60 mL 水中,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。准确吸取此溶液与环己胺标准溶液各 10 mL,分别置于两个 60 mL 分液漏斗中,分别依次加入碱性乙二胺四乙酸二钠盐溶液 3.0 mL,三氯甲烷与正丁醇混合液 15.0 mL,振摇 2 min,静置,分取三氯甲烷层,各量取三氯甲烷提取液 10.0 mL,置于另两个 60 mL 分液漏斗中,各加入甲基橙硼酸溶液 2.0 mL,振摇 2 min,静置,分取三氯甲烷层,各加入无水硫酸钠 1 g,振摇,静置,量取三氯甲烷溶液 5.0 mL,置于比色管中,各加入甲醇与硫酸混合液 0.5 mL,摇匀。试样溶液所显颜色不得深于标准溶液。

A.10 双环己胺试验

A.10.1 试剂和材料

A.10.1.1 三氯甲烷:用水洗涤三次,每次用水量为三氯甲烷的 1/3,分出三氯甲烷层供测定用。

A.10.1.2 氢氧化钠溶液:40 g/L。

A.10.1.3 试剂 A:称取溴酚蓝 75 mg,加水 60 mL,加碳酸氢钠溶液(8.4 g/L)10 mL,搅拌使其溶解,以盐酸溶液(1+55)调 pH 至 4.0,用水稀释至 100 mL,摇匀,贮存于冷暗处,48 h 内使用。

A.10.1.4 试剂 B:量取盐酸溶液(1 \rightarrow 12)20 mL,冰乙酸 16.6 mL 于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻

度,摇匀。

A.10.2 仪器和设备

A.10.2.1 分光光度计:配有 5 cm 吸收池。

A.10.2.2 分液漏斗:250 mL。

A.10.3 分析步骤

称取 10.0 g 试样,精确至 0.01 g,于 250 mL 分液漏斗中,加水 100 mL 使其溶解,另量取 100 mL 水于另一个分液漏斗中做空白试剂。各加入 10 mL 氢氧化钠溶液,然后分别依次用 10 mL、5 mL 和 5 mL 三氯甲烷萃取,分别合并三氯甲烷萃取液于另两个分液漏斗中,各加水 100 mL,试剂 B3.0 mL,试剂 A1.0 mL,振摇 3 min,避光放置 30 min,静置分层后,分出三氯甲烷层于 25 mL 比色管中,加三氯甲烷至 25 mL。在 410 nm 波长下,用 5 cm 吸收池,以三氯甲烷调零,测定空白试剂及试样溶液的吸光度,其吸光度差值不大于 0.20 为合格。

A.11 吸光值(100 g/L 溶液)的测定

A.11.1 仪器和设备

A.11.1.1 紫外可见光分光光度计。

A.11.1.2 1 cm 石英比色皿。

A.11.2 分析步骤

称取 10 g 试样,精确至 0.01 g,溶于约 60 mL 水中,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用紫外可见光分光光度计,于 1 cm 石英比色皿中,在 270 nm 波长下测定其吸光值。以水调零。

A.12 透明度(以 100 g/L 溶液的透光率表示)的测定

称取试样 10 g(精确至 0.01 g),溶于约 60 mL 水中,然后置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用分光光度计,于 1 cm 吸收池中,在 420 nm 波长下测定其透光率。以水的透光率为 100%。

A.13 重金属(以 Pb 计)的测定

A.13.1 方法提要

在弱酸性条件下,样品中的重金属(以 Pb 计)与硫代乙酰胺作用生成棕黑色,与同法处理的铅(Pb)标准溶液比较,做限量试验。

A.13.2 试剂和材料

A.13.2.1 硫代乙酰胺溶液:称取硫代乙酰胺 4 g,精确至 0.1 g,溶解于 100 mL 水中,置于冰箱保存。临用前取此液 1.0 mL 加入预先由氢氧化钠溶液(1+25)15 mL、水 5 mL 和甘油 20 mL 组成的混合液 5 mL,置于水浴上加热 20 s,冷却立即使用。

A.13.2.2 无二氧化碳水。

A.13.2.3 乙酸铵缓冲溶液,pH=3.5:称取 25.0 g 醋酸铵,溶于 25 mL 水中,加 45 mL 6 mol/L 的盐酸,用稀盐酸或稀氨水调节 pH=3.5 后,用水稀释至 100 mL。

A.13.2.4 铅(Pb)标准溶液:1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。此溶液临用前制备。

A.13.3 分析步骤

称取 10.0 g 实验室样品,精确至 0.01 g,溶于约 60 mL 无二氧化碳水中,置于 100 mL 容量瓶中,用无二氧化碳水稀释至刻度,摇匀,即为样品溶液。吸取样品溶液 12 mL,置于 25 mL 具塞比色管中,即为 A 管。吸取 10 mL 铅标准溶液和 2 mL 样品溶液置于 25 mL 具塞比色管中,摇匀,即为 B 管(标准)。吸取 10 mL 无二氧化碳水和 2 mL 样品溶液置 25 mL 具塞比色管中,摇匀,即为 C 管(空白)。在 A、B、C 管中,各加入 2 mL 乙酸铵缓冲溶液,摇匀,分别滴加 1.2 mL 硫代乙酰胺溶液,迅速搅拌混合。

相对于 C 管,B 管显现了淡棕色。2 min 后,A 管的颜色不应深于 B 管。
