



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 环己氨基磺酸钠 (又名甜蜜素)

1 范围

本标准适用于以环己胺为原料,氯磺酸或氨基磺酸化合成环己基氨基酸磺酸后与氢氧化钠作用而制得的食品添加剂环己氨基磺酸钠(又名甜蜜素)。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

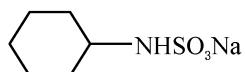
2.1 化学名称

环己氨基磺酸钠。

2.2 分子式

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

2.3 结构式



2.4 相对分子质量

无水晶 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		
状态	白色结晶粉末、针状结晶	白色针状、片状结晶	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
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/%	98.0~101.0		附录 A 中 A.4
硫酸盐(以 SO ₄ 计), w/%	≤ 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/%	≤ 0.5	16.5	附录 A 中 A.7
氨基磺酸, w/%	≤ 0.15		附录 A 中 A.8
环己胺, w/%	≤ 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)	≤ 0.10		附录 A 中 A.11
透明度(以 100 g/L 溶液的透光率表示)/%	≥ 95.0		附录 A 中 A.12
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤ 10.0		附录 A 中 A.13
砷(As)/(mg/kg)	≤ 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,在沙浴上蒸干至干涸,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

环己氨基磺酸钠含量(以干基计)的质量分数 w_1 , 按式(A.1)计算:

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 SO₄ 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, 摆匀。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, 摆匀, 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 ℃ ± 2 ℃ 干燥至质量恒定的称量瓶中,铺成 5 mm 以下的层。在 105 ℃ ± 2 ℃ 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:

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

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 μ L。

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 μL 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 ℃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 μL 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→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硫代乙酰铵溶液,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。
