

# 中华人民共和国国家标准

GB 29217—2012

食品安全国家标准

食品添加剂 环己基氨基磺酸钙

2012-12-25 发布

2013-01-25 实施

中华人民共和国卫生部发布

# 食品安全国家标准

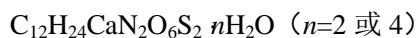
## 食品添加剂 环己基氨基磺酸钙

### 1 范围

本标准适用于以环己胺和氨基磺酸为原料反应生成环己基氨基磺酸后与氢氧化钙作用而制得的食品添加剂环己基氨基磺酸钙。

### 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

二水结晶品：432.57（按2007年国际相对原子质量）

四水结晶品：468.60（按2007年国际相对原子质量）

### 3 技术要求

#### 3.1 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      | 取适量样品，置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，目视观察色泽和状态 |
| 状态  | 粒状或粉状晶体 |                                     |

#### 3.2 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      |
|-----------------------|------------|--------|-----------|
|                       | 二水结晶品      | 四水结晶品  |           |
| 环己基氨基磺酸钙（以干基计）含量, w/% | 98.0~101.0 |        | 附录A 中 A.4 |
| 干燥减量, w/%             | ≤ 9.5      | ≤ 16.5 | 附录A 中 A.5 |
| 环己胺/ (mg/kg)          | ≤ 25       |        | 附录A 中 A.6 |
| 双环己胺                  | 通过试验       |        | 附录A 中 A.7 |
| 铅 (Pb) / (mg/kg)      | ≤ 1        |        | 附录A 中 A.8 |

## 附录 A

### 检验方法

#### A. 1 警示

试验方法规定的一些试验过程可能导致危险情况，操作者应采取适当的安全和防护措施。

#### A. 2 一般规定

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和GB/T6682—2008中规定的三级水。

试验方法中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按GB/T 601、GB/T 602和GB/T 603之规定制备。所用溶液在没有注明其他要求时，均指水溶液。

#### A. 3 鉴别试验

##### A. 3. 1 试剂和材料

A. 3. 1. 1 亚硝酸钠溶液：100 g/L。

A. 3. 1. 2 盐酸溶液：1+3。

A. 3. 1. 3 氯化钡溶液：50 g/L。

##### A. 3. 2 鉴别方法

A. 3. 2. 1 称取约1g样品，溶于水并使成100mL，作为试样溶液。取10mL该试液，加1mL盐酸溶液及1mL氯化钡溶液混合，观察溶液，应呈透明；然后加1mL亚硝酸钠溶液，生成白色沉淀且逸出气体。

A. 3. 2. 2 取铁丝蘸取适量试样，在无色火焰中燃烧，火焰显砖红色。

#### A. 4 环己氨基磺酸钙（以干基计）含量的测定

##### A. 4. 1 方法提要

环己氨基磺酸钙与亚硝酸钠反应完全后，过量的亚硝酸钠在酸性条件下与碘化钾反应生成碘，碘遇淀粉变蓝色。根据消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积计算环己氨基磺酸钙的含量。

##### A. 4. 2 试剂和材料

A. 4. 2. 1 盐酸溶液：1+1。

A. 4. 2. 2 淀粉碘化钾试纸。

A. 4. 2. 3 亚硝酸钠标准滴定溶液： $c(\text{NaNO}_2) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

##### A. 4. 3 分析步骤

A. 4. 3. 1 称取140℃干燥2h后在冷凝器中刚刚冷却至室温的试样0.4g，精确至0.0002g，于250mL烧杯中。

A. 4. 3. 2 加入50mL水和5mL盐酸溶液使之溶解。

A. 4. 3. 3 用亚硝酸钠标准滴定溶液滴定，当滴定至最后1mL滴定溶液时，应逐滴加入，直至用玻璃棒蘸1滴溶液于淀粉碘化钾试纸上立即出现蓝色，当滴定完全时，被滴液维持1min仍能重现上述终点现象，即表明为滴定终点，记录消耗的亚硝酸钠标准滴定溶液的体积。

A. 4. 3. 4 在测定的同时，按与测定相同的步骤，对不加试料而使用相同数量的试剂溶液做空白试验，记录消耗体积 $V_0$ 。

##### A. 4. 4 结果计算

环己氨基磺酸钙（以干基计）含量的质量分数 $w_1$ ，按式（A.1）计算：

式中：

V——样品消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$V_0$ —空白消耗亚硝酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*c*—亚硝酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）：

*m*—样品的质量, 单位为克 (g) :

1000——换算因子：

$M$ —环己基氨基磺酸钙的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=198.27$ ）。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于0.40%。

## A.5 干燥减量的测定

### A.5.1 分析步骤

称取约2.0 g样品，精确至0.000 2 g，置于预先在140 °C±2 °C干燥至质量恒定的称量瓶中。在140 °C±2 °C的恒温干燥箱中干燥2 h，置于干燥器中冷却30 min称量。

## A.5.2 结果计算

干燥减量的质量分数 $w_2$ , 按公式(A.2)计算:

式中：

*m*—干燥前试样的质量，单位为克(g)；

$m_1$ —称量瓶和试样在干燥前的质量，单位为克(g)；

$m_2$ —称量瓶和试样在干燥后的质量，单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于0.20 %。

## A.6 环己胺的测定

### A. 6. 1 试剂和材料

#### A.6.1.1 无水硫酸钠。

A. 6. 1. 2 碱性乙二胺四乙酸二钠溶液：称取乙二胺四乙酸二钠 100 g 和氢氧化钠 34 g，加水溶解，并用水稀释至 1000 mL。

A. 6. 1. 3 甲基橙硼酸溶液：称取甲基橙 2 g 和硼酸 35 g，加水 1000 mL，置水浴上加热使其溶解，静置 24 h 以上。用前过滤。

#### A. 6.1.4 三氯甲烷与正丁醇混合液: 20±1。

#### A. 6. 1. 5 甲醇与硫酸混合液: 50±1。

A. 6. 1. 6 环己胺标准溶液：每毫升含 0.0025 mg 环己胺。称取环己胺 0.1 g，精确至 0.000 2 g，置 100 mL 容量瓶中，加水 50 mL 和盐酸 0.5 mL，溶解后用水稀释至刻度，摇匀。精确量取 5.0mL，置于另一 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. 6. 2 分析步骤

称取 10.0 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, 摆匀。准确吸取此溶液与环己胺标准溶液各 10.0 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 10.0 mL、三氯甲烷与正丁醇混合液 15.0 mL, 振摇 2 min, 静置,

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，取三氯甲烷层，各加入无水硫酸钠 1g，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应深于标准。用分光光度计测定试样和标准吸光度：在 520 nm 波长下，用三氯甲烷校正零点，将溶液分别移入 1 cm 比色皿，测试结果试样吸光度不应大于标准吸光度。

## A.7 双环己胺的测定

### A.7.1 试剂和材料

A.7.1.1 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.7.1.2 氢氧化钠溶液：40 g/L。

A.7.1.3 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+11）调 pH 至 4.0，用水稀释至 100 mL，摇匀，贮存于阴凉避光处，48 h 内使用。

A.7.1.4 试剂 B：量取盐酸溶液（1+11）200 mL，冰乙酸 166 mL 于 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

### A.7.2 分析步骤

A.7.2.1 称取试样 10.0 g，精确至 0.01 g，于 250 mL 分液漏斗中，加碱性乙二胺四乙酸二钠溶液（A.6.1.2）100 mL 使其溶解，另取 100 mL 碱性乙二胺四乙酸二钠溶液（A.6.1.2）于另一个分液漏斗中做空白试验。

A.7.2.2 各加入 10 mL 氢氧化钠溶液，然后分别依次用 10 mL、10 mL、5 mL 三氯甲烷萃取，分别合并三氯甲烷萃取层于另两个分液漏斗中。

A.7.2.3 各加 100 mL 水，3 mL 试剂 B，1 mL 试剂 A，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 试管中，加三氯甲烷至 25 mL。

A.7.2.4 在 410 nm 波长下，用 5 cm 比色皿，以三氯甲烷调零，测定空白及试样溶液的吸光度。

A.7.2.5 试样溶液与空白吸光度之差不大于 0.15 为通过试验。

## A.8 铅（Pb）的测定

### A.8.1 比色法（仲裁法）

按 GB/T5009.75 进行测定（样品可不进行前处理）。

### A.8.2 原子吸收光谱法

按 GB 5009.12 进行测定。采用石墨炉原子吸收光谱法时，可视样品情况将试样溶液进行适当的稀释。