



中华人民共和国国家标准

GB 1886.75—2016

食品安全国家标准

食品添加剂 L-半胱氨酸盐酸盐

2016-08-31 发布

2017-01-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

食品安全国家标准

食品添加剂 L-半胱氨酸盐酸盐

1 范围

本标准适用于以畜禽毛、羽为原料经水解，或以淀粉质为原料经大肠杆菌 *Escherichia coli* K-12 发酵制得的食品添加剂 L-半胱氨酸盐酸盐。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

2.1 化学名称

L-2-氨基-3-巯基丙酸盐酸盐一水物

L-2-氨基-3-巯基丙酸盐酸盐无水物

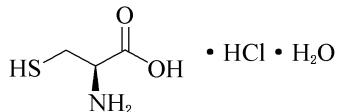
2.2 分子式

C₃H₇NO₂S · HCl · H₂O

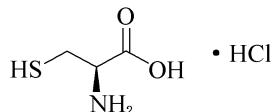
C₃H₇NO₂S · HCl

2.3 结构式

2.3.1 L-半胱氨酸盐酸盐一水物



2.3.2 L-半胱氨酸盐酸盐无水物



2.4 相对分子质量

175.64 一水物(按 2007 年国际相对原子质量)

157.62 无水物(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
色泽	白色	
状态	结晶或结晶性粉末	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，观察其色泽和状态

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
	一水物	无水物	
L-半胱氨酸盐酸盐含量(以干基计), w/%	98.5~101.0	98.0~102.0	附录 A 中 A.3
比旋光度 α_m (20 °C,D)/[(°) • dm ² /kg]	+5.5~+7.0	+5.6~+8.9	附录 A 中 A.4
pH	1.5~2.0	1.5~2.0	附录 A 中 A.5
氯化物(以 Cl 计), w/%	19.8~20.8	22.3~22.6	附录 A 中 A.6
干燥减量, w/%	8.0~12.0	≤2.0	附录 A 中 A.7
灼烧残渣, w/%	≤ 0.10	0.10	附录 A 中 A.8
透光率, w/%	≥ 98.0	98.0	附录 A 中 A.9
硫酸盐(以 SO ₄ 计), w/%	≤ 0.03	0.03	附录 A 中 A.10
铵盐(以 NH ₄ 计), w/%	≤ 0.02	0.02	附录 A 中 A.11
其他氨基酸, w/%	≤ 0.5	0.5	附录 A 中 A.12
铁盐(以 Fe 计)/(mg/kg)	≤ 10.0	10.0	附录 A 中 A.13
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤ 10	10	附录 A 中 A.14
砷(As)/(mg/kg)	≤ 1.0	1.0	附录 A 中 A.15

附录 A

检验方法

A.1 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、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有标注其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602 和 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

称取试样约 1 mg,加溴化钾约 120 mg,研磨均匀,压片,录制试样的红外光谱图,应与 L-半胱氨酸盐酸盐一水物标准红外光谱图一致,见附录 B。

A.3 L-半胱氨酸盐酸盐含量(以干基计)的测定

A.3.1 方法提要

采用碘作氧化剂将待测的试样氧化,再用硫代硫酸钠标准溶液滴定剩余的碘,间接计算出氧化试样所消耗碘的量,根据氧化试样所消耗的碘量,最后计算出试样的含量。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 盐酸溶液:10%。

A.3.2.2 硫代硫酸钠标准滴定溶液:0.1 mol/L。

A.3.2.3 碘标准滴定溶液:0.05 mol/L。

A.3.2.4 淀粉指示液:10 g/L。

A.3.3 分析步骤

称取试样约 0.25 g,精确至 0.000 1 g,加水 20 mL 及碘化钾 4 g,振摇溶解后,加盐酸溶液 5 mL,用胖肚吸管加入碘标准滴定溶液 25 mL,于暗处放置 15 min,再置于冰浴中冷却 5 min,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,临近终点时,加淀粉指示液 2 mL,继续滴定至溶液蓝色消失。同时做空白试验。

A.3.4 结果计算

L-半胱氨酸盐酸盐含量(以干基计)的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{c_1 \times (V_1 - V_2) \times M}{m_1 \times (1 - w_2) \times 1000} \times 100\% \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A.1})$$

式中:

c_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——空白消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

M ——L-半胱氨酸盐酸盐的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), $[M(\text{C}_3\text{H}_7\text{NO}_2\text{S} \cdot \text{HCl}) = 157.6]$;

m_1 ——试样的质量,单位为克(g);

w_2 ——试样的干燥减量, %;

1 000 ——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.4 比旋光度 α_m (20 °C,D)的测定

A.4.1 仪器和设备

旋光仪(精度 $\pm 0.001^\circ$):用钠光灯(钠光谱 D 线 589.3 nm)作为光源。

A.4.2 试剂和材料

盐酸溶液: 1 mol/L。

A.4.3 分析步骤

称取试样约 8 g, 精确至 0.000 1 g, 置于 100 mL 容量瓶中, 加入 1 mol/L 盐酸溶液溶解, 调节溶液温度至 20 ℃, 稀释至刻度, 摆匀。用少量此液冲洗旋光管数次, 再缓缓将此液注入旋光管中(勿使发生气泡), 将旋光管置于旋光仪内检测。

A.4.4 结果计算

试样在 20 °C 下对钠光谱 D 线的比旋光度 $\alpha_m(20 \text{ } ^\circ\text{C}, D)$, 按式(A.2)计算:

式中：

100——换算系数。

α ——旋光仪测得的旋光度,单位为度($^{\circ}$);

l ——旋光管的长度,单位为分米(dm);

c_2 ——100 mL 溶液中所含被测物质的质量(以干基计), 单位为克(g)。

A.5 pH 的测定

称取试样 0.20 g, 加水 20 mL 溶解, 用 pH 计测定。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 0.2。

A.6 氯化物(以 Cl 计)的测定

A.6.1 试剂和材料

A.6.1.1 硝基苯。

A.6.1.2 过氧化氢:30%。

A.6.1.3 硝酸溶液：吸取硝酸 50 mL，加水稀释至 100 mL，摇匀。

A.6.1.4 高锰酸钾溶液: 0.01 mg/mL。

A.6.1.5 硝酸银标准滴定溶液: 0.1 mol/L。

A.6.1.6 硫氰酸铵标准滴定溶液:0.1 mol/L。

A.6.1.7 硫酸铁铵指示液。

A.6.2 分析步骤

称取试样约0.25 g,精确至0.000 1 g,加10 mL水与10 mL硝酸溶液溶解后,用胖肚吸管加入硝酸银标准滴定溶液25 mL与高锰酸钾溶液50 mL,水浴加热30 min,放冷,滴加过氧化氢溶液至溶液成无色,然后加入硫酸铁铵指示剂8 mL和硝基苯1 mL,用硫氰酸铵滴定液滴定。同时做空白试验。

A.6.3 结果计算

氯化物(以Cl计)的质量分数 w_3 ,按式(A.3)计算:

$$w_3 = \frac{c_3 \times (V_3 - V_4) \times M}{m_2 \times 1\,000} \times 100\% \quad \text{(A.3)}$$

式中:

c_3 ——硫氰酸铵标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_3 ——空白消耗硫氰酸铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——试样消耗硫氰酸铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

M ——氯离子的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol),[$M(Cl^-)=35.45$];

m_2 ——试样的质量,单位为克(g);

1 000——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0.1%。

A.7 干燥减量的测定

A.7.1 分析步骤

A.7.1.1 将称量瓶置于真空干燥箱中,于室温下减压至低于2.67 kPa,前后两次称量误差不大于0.000 3 g,记录。

A.7.1.2 称取试样约2 g,精确至0.000 1 g,平铺于称量瓶内厚度不超过5 mm,如果试样是晶体,快速粉碎至2 mm以下的小粒,敞开置于干燥箱内,瓶盖立于旁边。在室温下,减压至低于2.67 kPa,干燥24 h。结束后盖好瓶盖移出,称重。

A.7.2 结果计算

干燥减量的质量分数 w_4 ,按式(A.4)计算:

$$w_4 = \frac{m_3 - m_4}{m_3 - m_5} \times 100\% \quad \text{(A.4)}$$

式中:

m_3 ——称量瓶和试样的质量,单位为克(g);

m_4 ——称量瓶和试样干燥后的质量,单位为克(g);

m_5 ——称量瓶的质量,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0.2%。

A.8 灼烧残渣的测定

称取试样约 1 g, 精确至 0.000 1 g。按照 GB 5009.4 规定的方法测定。

A.9 透光率的测定

A.9.1 仪器设备

分光光度仪。

A.9.2 分析步骤

称取试样 0.50 g, 加 10 mL 水溶解, 摆匀后用 1 cm 的石英比色皿, 以水为空白对照, 于波长 430 nm 下测定试样溶液的透光率, 记录读数。

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 0.1%。

A.10 硫酸盐(以 SO₄ 计)的测定

A.10.1 试剂和材料

A.10.1.1 硫酸钾标准溶液: 0.1 mg / mL。

A.10.1.2 盐酸溶液: 10%。

A.10.1.3 氯化钡溶液: 1 mol/L。

A.10.2 分析步骤

称取试样 0.70 g, 加水溶解至 40 mL(溶液如显碱性, 可滴加盐酸使成中性; 溶液如不澄清, 应过滤), 置于 50 mL 纳氏比色管中, 加盐酸溶液 2 mL, 摆匀, 即得试样溶液。另取硫酸钾标准溶液 2.1 mL, 置于另一支 50 mL 纳氏比色管中, 加水稀释至 40 mL, 加盐酸溶液 2 mL, 摆匀, 即得标准对照溶液。在试样溶液与标准对照溶液中, 分别加入氯化钡溶液 5 mL, 用水稀释至 50 mL, 充分摇匀, 放置 10 min, 同置于黑色背景上, 从比色管上方向下观察、比较。

若试样溶液的浊度不高于标准对照溶液的浊度, 则硫酸盐含量 $\leq 0.03\%$ 。

A.11 铵盐(以 NH₄ 计)的测定

A.11.1 试剂和材料

A.11.1.1 氧化镁。

A.11.1.2 氯化铵标准溶液: 0.01 mg / mL。

A.11.1.3 无氨蒸馏水。

A.11.1.4 盐酸溶液: 10%。

A.11.1.5 氢氧化钠溶液: 称取氢氧化钠 4.3 g, 加水溶解并定容至 100 mL。

A.11.1.6 碱性碘化汞钾溶液: 取碘化钾 10 g, 加水 10 mL 溶解后, 缓缓加入二氯化汞的饱和水溶液, 边加边搅拌, 至生成的红色沉淀不再溶解, 加氢氧化钾 30 g, 溶解后, 再加二氯化汞的饱和水溶液 1 mL 或 1 mL 以上, 并用适量的水稀释使成 200 mL, 静置, 使沉淀。用时取上层澄清液。

A.11.2 分析步骤

称取试样 0.10 g, 置蒸馏瓶中, 加无氨蒸馏水 200 mL, 加氧化镁 1 g, 加热蒸馏, 镜出液导入加有盐酸溶液 1 滴与无氨蒸馏水 5 mL 的 50 mL 纳氏比色管中, 待馏出液达 40 mL 时, 停止蒸馏, 加氢氧化钠溶液 5 滴, 加无氨蒸馏水至 50 mL, 加碱性碘化汞钾试液 2 mL, 摆匀, 放置 15 min 即得试样溶液。另取氯化铵标准溶液 2 mL 按上述方法制成标准对照溶液。

如果试样溶液的颜色不深于标准管溶液的颜色, 则铵盐含量 $\leq 0.02\%$ 。

A.12 其他氨基酸的测定

A.12.1 试剂和材料

A.12.1.1 N-乙基顺丁烯二酰亚胺乙醇溶液: 称取 N-乙基顺丁烯二酰亚胺 4.0 g, 置于 100 mL 容量瓶, 加乙醇 10 mL 溶解后, 稀释至刻度。

A.12.1.2 乙酸溶液: 2 mol/L。

A.12.1.3 苛三酮的正丁醇-乙酸溶液: 称取苛三酮 0.2 g, 置于 100 mL 容量瓶, 加乙酸溶液 5.0 mL, 并加正丁醇溶解并稀释至刻度。

A.12.1.4 L-半胱氨酸盐酸盐一水物标准品。

A.12.1.5 酪氨酸标准品。

A.12.1.6 展开剂: 冰乙酸 : 水 : 正丁醇 = 1 : 1 : 3。

A.12.1.7 L-半胱氨酸盐酸盐标准储备溶液: 取 L-半胱氨酸盐酸盐-水物标准品 20 mg, 加水 10 mL 溶解, 加 N-乙基顺丁烯二酰亚胺乙醇溶液 10 mL, 混匀, 放置 5 min。

A.12.1.8 系统适用性试验溶液: 取酪氨酸标准品 10 mg, 置于 25 mL 容量瓶中, 加水适量溶解, 加 L-半胱氨酸盐酸盐标准储备溶液 10 mL, 用水稀释至刻度, 摆匀。

A.12.2 分析步骤

称取试样 0.20 g, 置于 10 mL 容量瓶中, 加水溶解并稀释至刻度, 摆匀, 量取 5 mL, 加 N-乙基顺丁烯二酰亚胺乙醇溶液 5 mL, 混匀, 放置 5 min。即得试样溶液。精密量取试样溶液 1 mL, 置于 200 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摆匀。即得对照溶液。

吸取试样溶液、对照溶液和系统适用性试验溶液各 5 μ L, 分别点于同一硅胶 G 薄层板上, 以展开剂展开至少 15 cm, 展开, 晾干, 80 °C 加热 30 min, 喷以苛三酮的正丁醇-乙酸溶液, 在 105 °C 加热约 15 min 至斑点出现, 立即检视。

系统适用性试验溶液应显两个完全分离的斑点, 对照溶液应显一个清晰的斑点, 否则检测结果无效。试样溶液如显示杂斑, 杂斑颜色与对照溶液的斑点比较, 不应更深。

A.13 铁盐(以 Fe 计)的测定

A.13.1 试剂和材料

A.13.1.1 过硫酸铵。

A.13.1.2 正丁醇。

A.13.1.3 铁标准溶液: 称取硫酸铁铵 $[FeNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O]$ 0.863 g, 置于 1 000 mL 容量瓶中, 加水溶解后, 加硫酸 2.5 mL, 用水稀释至刻度, 摆匀, 作为贮备液。临用前, 精密量取贮备液 10 mL, 置于 100 mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摆匀(每 1 mL 相当于 10 μ g 的 Fe^{2+})。

- A.13.1.4 铁标准溶液:精密量取铁标准贮备液 10 mL, 置于 100 mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摆匀。
 A.13.1.5 盐酸溶液:10%。
 A.13.1.6 硫氰酸铵溶液:30%。

A.13.2 分析步骤

称取试样 1.0 g, 加水溶解至 25 mL, 移置 50 mL 纳氏比色管中, 加盐酸溶液 4 mL 和过硫酸铵 0.05 g, 用水稀释成 35 mL 后, 加硫氰酸铵溶液 3 mL, 再加水适量稀释成 50 mL, 摆匀, 即得试样溶液。另量取 1.0 mL 铁标准溶液, 置于另一支 50 mL 纳氏比色管中, 加水至 25 mL, 加盐酸溶液 4 mL 和过硫酸铵 0.05 g, 用水稀释至 35 mL 后, 加硫氰酸铵溶液 3 mL, 再加水适量稀释成 50 mL, 摆匀, 即得对照溶液。

试样溶液如显色, 立即与对照溶液比较, 颜色不应更深。如试样溶液与对照溶液色调不一致时, 可分别移至分液漏斗中, 各加正丁醇 20 mL 提取, 待分层后, 将正丁醇层移置 50 mL 纳氏比色管中, 再用正丁醇稀释至 25 mL, 试样溶液与对照溶液比较, 颜色不应更深。

A.14 重金属(以 Pb 计)的测定

A.14.1 试剂和材料

- A.14.1.1 硝酸。
 A.14.1.2 铅标准储备液:取硝酸铅 0.160 g, 置 1 000 mL 容量瓶中, 加硝酸 5 mL 与水 50 mL 溶解后, 用水稀释至刻度, 摆匀, 配置与贮存用的玻璃容器均不得含铅。
 A.14.1.3 铅标准溶液:精密量取标准铅储备液 10 mL, 置 100 mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摆匀, 配置与贮存用的玻璃容器均不得含铅。
 A.14.1.4 乙酸溶液:取冰乙酸 60 mL, 加水稀释至 1 000 mL。
 A.14.1.5 硫化钠溶液:取硫化钠 1 g, 加水使溶解成 10 mL, 本液应临用新制。
 A.14.1.6 氨溶液:取浓氨溶液 400 mL, 加水稀释至 1 000 mL。

A.14.2 仪器和设备

- A.14.2.1 纳氏比色管:100 mL。
 A.14.2.2 滤纸:Φ=1.2 μm。

A.14.3 分析步骤

称取 2.0 g 试样, 置于纳氏比色管中, 用 10 mL 水溶解并用氨溶液调 pH 至 7.0, 再加 2 mL 的乙酸溶液, 加水至 40 mL, 摆匀, 若溶液不清亮, 用滤纸过滤, 再加水到 50 mL。取 2.0 mL 铅标准溶液同时操作, 在每管中加一滴硫化钠试液, 摆匀, 存放 5 min, 在白色背景下比较颜色。试样溶液的颜色与标准溶液的颜色对比, 不应更深。

A.15 砷(As)的测定

A.15.1 试剂和材料

- A.15.1.1 锌粒:本法所用锌粒应无砷, 以能通过一号筛的细粒为宜。
 A.15.1.2 乙酸铅棉花:取脱脂棉 1.0 g, 浸入乙酸铅试液与水的等容混合液 12 mL 中, 湿透后, 挤压除去多余的溶液, 并使之疏松, 在 100 °C 以下干燥后, 贮于玻璃塞瓶中备用。

A.15.1.3 溴化汞试纸:取滤纸条浸入乙醇制溴化汞溶液(50 g/L)中,1 h 后取出,在暗处干燥。

A.15.1.4 浓盐酸。

A.15.1.5 稀硫酸:量取硫酸 57 mL,加水稀释至 1 000 mL。

A.15.1.6 砷标准贮备液:取三氧化二砷 0.132 g,置 1 000 mL 容量瓶中,加 20% 氢氧化钠溶液 5 mL 溶解后,用适量的稀硫酸中和,再加稀硫酸 10 mL,用水稀释至刻度,摇匀。

A.15.1.7 砷标准溶液:精密量取砷标准贮备液 10 mL,置 1 000 mL 容量瓶中,加稀硫酸 10 mL,用水稀释至刻度,摇匀。

A.15.1.8 酸性氯化亚锡溶液:取氯化亚锡 20 g,加浓盐酸使溶解并定容至 50 mL,滤过。保质期 3 个月。

A.15.1.9 碘化钾溶液:取碘化钾 16.5 g,加水使溶解并定容至 100 mL。

A.15.1.10 乙酸铅溶液:取乙酸铅 10 g,加新沸过的冷水溶解后,滴加乙酸使溶液澄清,再加新沸过的冷水使成 100 mL。

A.15.2 仪器和设备

A.15.2.1 一号筛:筛孔内径(平均值) $2\ 000\ \mu\text{m}\pm70\ \mu\text{m}$ (10 目)。

A.15.2.2 反应瓶:如图 A.1 所示,A 为 100 mL 标准磨口锥形瓶;B 为中空的标准磨口塞,上连导气管 C(外径 8.0 mm,内径 6.0 mm),全长约 180 mm;D 为具孔的有机玻璃旋塞,其上部为圆形平面,中央有一圆孔,孔径与导气管 C 的内径一致,其下部孔径与导气管 C 的外径相适应,将导气管 C 的顶端套入旋塞下部孔内,并使管壁与旋塞的圆孔相吻合,黏合固定;E 为中央具有圆孔(孔径 6.0 mm)的有机玻璃旋塞盖,与 D 紧密吻合。

单位为毫米

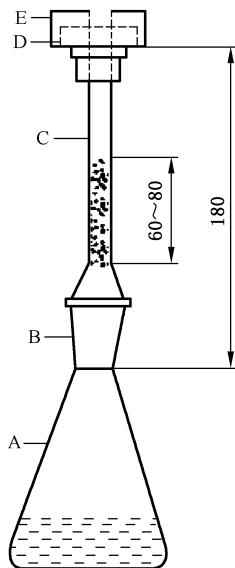


图 A.1 反应瓶设备图

测试时,于导气管 C 中装入乙酸铅棉花 60 mg(装管高度为 60 mm~80 mm),再于旋塞 D 的顶端平面上放一片溴化汞试纸(试纸大小以能覆盖孔径而不落出平面外为宜),盖上旋塞盖 E 并旋紧。

A.15.3 分析步骤

称取 2.0 g 的试样,置于反应瓶中,加盐酸 5 mL 与水 21 mL,再加入碘化钾试液 5 mL,然后加酸性

氯化亚锡试液 5 滴,在室温下放置 10 min 后,加锌粒 2 g,立即将导气管密塞于反应瓶上,并将反应瓶置 25 ℃~40 ℃水浴中,反应 45 min,取出溴化汞试纸。另取 2 mL 的砷标准溶液同时操作,比色。试样溶液生成的砷斑显示的颜色与标准溶液生成的砷斑颜色对比,不应更深。

砷标准溶液生成的砷斑一定要显现明显的颜色,否则检测结果无效。

附录 B

L-半胱氨酸盐酸盐一水物标准红外光谱图

L-半胱氨酸盐酸盐一水物标准红外光谱图见图 B.1。

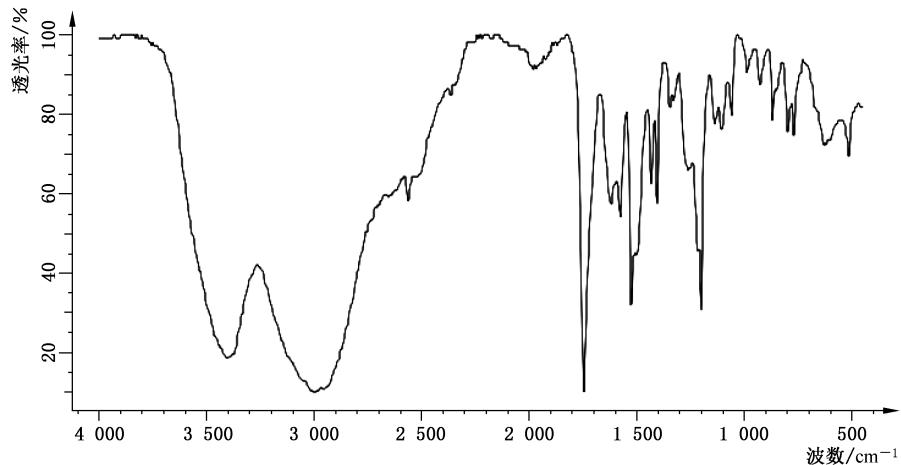


图 B.1 L-半胱氨酸盐酸盐一水物标准红外光谱图(溴化钾压片法)