

中华人民共和国国家标准

GB 12488—2008
代替 GB 12488—1995

食品添加剂 环己基氨基磺酸钠(甜蜜素)

Food additive—
Sodium cyclamate

2008-06-25 发布

2009-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准第6章和9.1为强制性的,其余为推荐性的。

本标准与食品法典委员会(CODEX)《环己基氨基磺酸钠》(英文版)-JECFA第63届(2004)的一致性程度为非等效。

本标准代替GB 12488—1995《食品添加剂环己基氨基磺酸钠(甜蜜素)》。

本标准与GB 12488—1995相比主要变化如下:

- 结晶品相对分子质量由237.24修改为237.25(1995年版的第1章,本版的第3章)。
- 增设了氨基磺酸项目和吸光值(270 nm)项目指标和试验方法(见第6章、7.14和7.15)。
- 环己基氨基磺酸钠指标由 $\geq 98.0\%$ 修改为 $98.0\% \sim 101.0\%$;加热减量指标:A型由 $\leq 1.0\%$ 修改为 $\leq 0.5\%$;B型由 $\leq 15.5\%$ 修改为 16.5% ;硫酸盐指标由 $\leq 0.05\%$ 改为 0.10% (1995年版的4.2,本版的第6章)。
- 环己基氨基磺酸钠含量的试验方法中用1-萘酚苯指示剂代替结晶紫指示剂(1995年版的5.2,本版的7.4)。
- 对干燥减量的试验方法进行了修改(1995年版的5.3,本版的7.5)。
- 硫酸盐含量的试验方法取样量由1 g增加到10 g(1995年版的5.5,本版的7.7)。
- 重金属含量的试验方法,用硫代乙酰胺试剂代替饱和硫化氢水溶液(1995年版的5.7,本版的7.9)。
- 透明度的试验方法,取样量由2.50 g增加到10 g(1995年版的5.8,本版的7.10)。
- 产品保质期由2年修改为3年(1995年版的7.5,本版的9.4)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会有机分会(SAC/TC 63/SC 2)和全国食品添加剂标准化技术委员会(SAC/TC 11)归口。

本标准起草单位:方大添加剂(阳泉)有限公司。

本标准参加起草单位:金田企业(南京)有限公司。

本标准主要起草人:温辉萍、黄晓光、王文平。

本标准于1995年8月首次发布。

食品添加剂

环己基氨基磺酸钠(甜蜜素)

1 范围

本标准规定了食品添加剂环己基氨基磺酸钠(甜蜜素)的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存等。

本标准适用于以环己胺为原料,氯磺酸或氨基磺酸化成环己基氨基磺酸后与氢氧化钠作用而制得的环己基氨基磺酸钠(甜蜜素)。该产品作食品甜味剂使用。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 601—2002 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602—2002 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(ISO 6353-1:1982, NEQ)

GB/T 603—2002 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(ISO 6353-1:1982, NEQ)

GB/T 5009.76—2003 食品添加剂中砷的测定

GB/T 6678—2003 化工产品采样总则

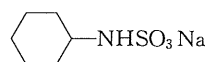
GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987, MOD)

GB/T 9724—2007 化学试剂 pH 值测定通则(ISO 6353-1:1982, NEQ)

3 分子式、结构式和相对分子质量

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

结构式:



相对分子质量: 结晶品 237.25,

无水品 201.22(按 2007 年国际相对原子质量)

4 分类和命名

食品添加剂环己基氨基磺酸钠分为 A 型及 B 型(含两个结晶水),分别称为环己基氨基磺酸钠 A 型及环己基氨基磺酸钠 B 型。

5 性状

A 型为白色结晶粉末、针状结晶;B 型为白色针状、片状结晶;无臭,有甜味。

6 要求

食品添加剂环己基氨基磺酸钠应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目		指 标	
		A 型	B 型
环己基氨基磺酸钠(以干基计),w/%	≥	98.0~101.0	
干燥减量,w/%	≤	0.5	16.5
pH 值(100 g/L 水溶液)		5.5~7.5	
硫酸盐(以 SO ₄ 计),w/%	≤	0.10	
砷(As),w/%	≤	0.000 1	
重金属(以 Pb 计),w/%	≤	0.001	
透明度(以 100 g/L 溶液的透光率表示),%	≥	95	
环己胺,w/%	≤	0.002 5	
双环己胺试验		合格	
氨基磺酸,w/%	≤	0.15	
吸光值(100 g/L 溶液)	≤	0.10	

7 试验方法

7.1 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健康措施。

7.2 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/T 6682—2008 规定的三级水。

分析中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601—2002、GB/T 602—2002、GB/T 603—2002 的规定制备。

7.3 鉴别试验

7.3.1 试剂

7.3.1.1 乙醚;

7.3.1.2 硝酸;

7.3.1.3 硝酸银溶液:17 g/L;

7.3.1.4 亚硝酸钠溶液:100 g/L;

7.3.1.5 盐酸溶液:3→10;

7.3.1.6 硝酸溶液:3→50;

7.3.1.7 氯化钡溶液:50 g/L;

7.3.1.8 氢氧化钠溶液:50 g/L。

7.3.2 分析步骤

7.3.2.1 取铂丝蘸取本品少许,在无色火焰中燃烧,火焰即显黄色。

7.3.2.2 称取 3 g 实验室样品,精确至 0.1 g,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。

7.3.2.3 称取 0.3 g 实验室样品,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(抽提后水层做 7.3.2.4 试验),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 值 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。

7.3.2.4 取 7.3.2.3 中抽提后水层,加入氯化钡溶液 1 mL,生成白色沉淀。

7.4 环己基氨基磺酸钠含量的测定

7.4.1 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。

7.4.2 试剂

7.4.2.1 冰乙酸;

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

7.4.2.3 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。

7.4.3 分析步骤

7.4.3.1 称取经 7.5.2 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(5~6)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。

7.4.3.2 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。

7.4.4 结果计算

环己基氨基磺酸钠(以干基计)含量的质量分数 w_1 ,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_2)cM}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_1 ——试料消耗高氯酸标准滴定溶液(7.4.2.2)体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白消耗高氯酸标准滴定溶液(7.4.2.2)体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——高氯酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

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

计算结果表示到小数点后两位。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

7.5 干燥减量的测定

7.5.1 方法提要

测定在一定温度下样品中的可挥发性物质的排出量。

7.5.2 分析步骤

称取约 10 g 实验室样品,精确至 0.000 1 g,置于预先在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 干燥至质量恒定的称量瓶中,铺成 5 mm 以下的层。在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 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,直至恒量。

7.5.3 结果计算

干燥减量的质量分数 w_2 ,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m ——干燥前试料的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——干燥后试料的质量的数值,单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%。

7.6 pH 值的测定

按 GB/T 9724—2007 的规定进行。测定时,称取 10.0 g 实验室样品,精确至 0.01 g,加无二氧化碳的水至 100 mL 混合均匀后测定。

7.7 硫酸盐含量的测定

7.7.1 试剂

7.7.1.1 盐酸溶液:3→10;

7.7.1.2 氯化钡溶液:250 g/L;

7.7.1.3 硫酸盐(SO_4)标准溶液:0.1 mg/mL。

7.7.2 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 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±0.05) mL 上述溶液,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。

标准是取 5 mL 硫酸盐标准溶液与试样同时同样处理。

7.8 砷(以 As 计)含量的测定

称取约 1.0 g 实验室样品,精确至 0.01 g。量取 1.00 mL 砷限量标准液(含砷 0.001 mg)。其他按 GB/T 5009.76—2003 中第二法砷斑法的规定进行。

7.9 重金属含量的测定

7.9.1 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。

7.9.2 试剂

7.9.2.1 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 秒钟,冷却立即使用。

7.9.2.2 无二氧化碳水。

7.9.2.3 乙酸铵缓冲溶液,pH=3.5:称取 25.0 克醋酸铵,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。

7.9.2.4 铅(Pb)标准溶液:1 μg/mL。此溶液临用前制备。

7.9.3 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。

7.10 透明度的测定

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%。

7.11 环己胺含量的测定

7.11.1 试剂

7.11.1.1 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。

7.11.1.2 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。

7.11.1.3 三氯甲烷与正丁醇混合液:20+1。

7.11.1.4 甲醇与硫酸混合液:50+1。

7.11.1.5 环己胺标准溶液:每毫升含 0.002 5 mg 环己胺。称取环己胺 0.1 g,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,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.11.2 分析步骤

称取 10 g 实验室样品,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。

7.12 双环己胺试验

7.12.1 试剂

7.12.1.1 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;

7.12.1.2 氢氧化钠溶液:40 g/L;

7.12.1.3 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 值至 4.0,用水稀释至 100 mL,摇匀,贮存于冷暗处,48 h 内使用;

7.12.1.4 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。

7.12.2 仪器

7.12.2.1 分光光度计:配有 5 cm 吸收池;

7.12.2.2 分液漏斗:250 mL。

7.12.3 分析步骤

称取 10.0 g 实验室样品,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试剂空白。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,测定试剂空白及试样溶液的吸光度,其吸光度差值不大于 0.20 为合格。

7.13 氨基磺酸含量的测定

7.13.1 试剂

7.13.1.1 薄层色谱板:硅胶 60 薄层色谱板(英文品名 Silica Gel 60,硅胶孔径 60A⁰),尺寸 20×20 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。

7.13.1.2 展开液:以体积比(水:氨水:乙酸乙酯:正丙醇)=10:10:20:70 的混合而成。

7.13.1.3 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。

7.13.1.4 次氯酸钠溶液:1+20

7.13.1.5 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。

7.13.2 仪器

7.13.2.1 微量进样器(平头):10 μL;

7.13.2.2 展开槽;

7.13.2.3 喷雾瓶。

7.13.3 分析步骤

称取 10 g 实验室样品,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 上述溶液,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。

7.14 吸光值的测定

7.14.1 仪器

7.14.1.1 紫外可见分光光度计;

7.14.1.2 1 cm 石英比色皿。

7.14.2 分析步骤

称取 10 g 实验室样品,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。以水的吸光值为调零。

8 检验规则

8.1 检验分类

检验分为出厂检验和型式检验。

8.1.1 出厂检验

表 1 中的环己基氨基磺酸钠的质量分数、干燥减量的质量分数、pH 值、硫酸盐的质量分数、透明度、环己胺的质量分数、双环己胺的质量分数和氨基磺酸的质量分数为出厂检验项目,应逐批进行检验。

8.1.2 型式检验

型式检验项目为表 1 中的全部项目。在正常情况下,每 6 个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时,应进行型式检验。

- a) 更新关键生产工艺;
- b) 主要原料有变化;
- c) 停产又恢复生产;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异;
- e) 合同规定。

8.2 组批

产品以每次投料为一批或多次投料经混合均匀的产品为一批。

8.3 采样

每批产品的采样单元数按 GB/T 6678—2003 的规定确定,每批总的采样量不少于 200 g。将所采样品迅速混匀,缩分分装于两个样品瓶(袋)中,瓶(袋)上粘贴标签,注明生产厂名称、产品名称、批号、规格、采样日期及采样人姓名。一瓶(袋)送检验部门检验,另一瓶(袋)密封作为留样保存备查。

8.4 质量证明书

应由生产厂的质量检验部门按本标准检验,生产厂应保证出厂产品均符合本标准要求,每批出厂产品都应附有质量证明书,其内容包括:生产厂名称、产品名称、标准编号、批号、生产日期等。

8.5 复检

检验结果如果有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装单元中采样进行复检。复

检结果即使只有一项指标不符合本标准要求,则整批产品为不合格。

9 标志、包装、运输和贮存

9.1 标志

食品添加剂环己基氨基磺酸钠外包装应标明产品名称、生产厂名、厂址、生产许可证编号及标志、卫生许可证号、净含量、标准代号、批号、生产日期和保质期,并标明“食品添加剂”字样。

9.2 包装

食品添加剂环己基氨基磺酸钠内包装为符合食品使用的塑料袋,密封,外包装为纸箱、纸桶或聚丙烯编织袋,封牢。包装单位为 1 kg、20 kg 和 25 kg,或根据用户要求包装。

9.3 运输和贮存

食品添加剂环己基氨基磺酸钠应贮存于干燥处,防止受潮。本品不得与有毒、有害物质混放,混运。

9.4 保质期

在符合本标准包装、运输和贮存的条件下,自生产之日起,食品添加剂环己基氨基磺酸钠的保质期为 3 年。超过保质期可重新检验,检测结果符合本标准要求时产品仍可使用。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食 品 添 加 剂
环己基氨基磺酸钠(甜蜜素)
GB 12488—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

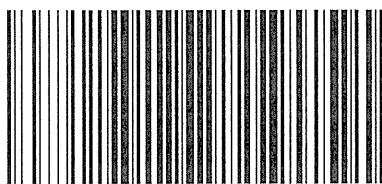
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2008年11月第一版 2008年11月第一次印刷

*

书号: 155066 • 1-34181

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB 12488—2008