

前 言

本标准非等效采用美国食品化学药典第四版(1996)乙酰磺胺酸钾(FCC IV, 1996 Acesulfame Potassium)标准并参考联合国粮农组织、世界卫生组织, 1983 年乙酰磺胺酸钾(FAO/WHO, 1983, Acesulfame Potassium)标准。

FCC IV 是 1996 年出版的, 这是目前国际上关于乙酰磺胺酸钾的最新标准。与 FAO/WHO(1983)相比, FCC IV 中增加了铅、pH 及钾含量指标。乙酰磺胺酸钾是一种酸碱中和而产生的有机酸碱金属盐, pH 是其重要特性之一, 是合格产品的重要标志, 如果超出其应有的 pH 范围则产品不合格; 在乙酰磺胺酸钾中, 乙酰磺胺酸根与钾离子是其固定组成部分, 乙酰磺胺酸根已由定性、定量方法加以测定。与增加铅指标一样, 增加 pH 和钾含量指标后使标准更加科学、完善。但是, 作为有害元素在 FAO/WHO(1983)中加以限量的砷, 则在 FCC IV 中没有制定指标, 在这一点上, 应该采纳 FAO/WHO(1983)的限量标准。至于硒指标, 大量检测结果显示本产品中硒含量一般都在方法的检测限以下, 而且现代研究表明, 微量的硒不仅对人体无害, 反而对健康有益, FCC IV 中没有制定硒限量指标, 亦是合理的。

另外, FAO/WHO(1983)和 FCC IV (1996)中都没有硫酸盐(以 SO_4^{2-} 计)限量指标, 本标准认为在生产过程中有硫酸盐形成且有可能传递到最终产品中, 照常规规定限量是必要的。这是本标准根据实际情况新增加的项目。至于乙酰磺胺酸钾含量、干燥失重、重金属限量以及氟的限量指标则是 FAO/WHO 与 FCC 所共有的, 本标准都加以保留。

本标准由国家轻工业局行业管理司提出。

本标准由全国食品发酵标准化中心、卫生部食品检验研究所技术归口。

本标准由广东省食品工业研究所、杭州三和食品助剂厂起草。

本标准主要起草人: 汪文陆、李韶雄、李晓光、陈子昂、宗瑞后、裘雪阳。

食品添加剂 乙酰磺胺酸钾(AK 糖)

1 范围

本标准规定了食品添加剂——乙酰磺胺酸钾的定义、技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存的各项要求。

本标准适用于以乙酰化试剂、发烟硫酸或三氧化硫和氢氧化钾或碳酸钾等原料制得的乙酰磺胺酸钾,用作食品添加剂。

2 引用标准

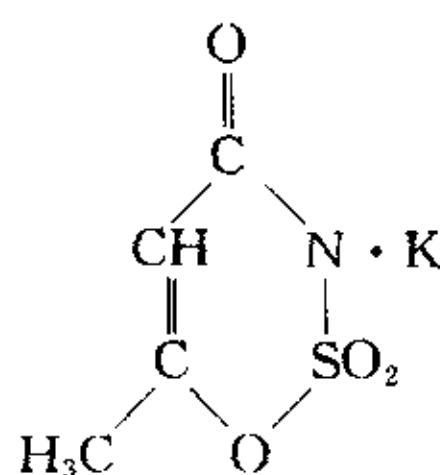
下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

- GB/T 8449—1987 食品添加剂中铅的测定方法
- GB/T 8450—1987 食品添加剂中砷的测定法
- GB/T 8451—1987 食品添加剂中重金属限量试验法
- GB/T 5009.18—1996 食品中氟的测定方法

3 化学名、结构式、分子式、分子量

化学名:6-甲基-3,4-二氢-1,2,3-噻嗪-4-酮-2,2-二氧化物钾盐

结构式:



分子式: $C_4H_4NO_4SK$

相对分子质量: 201.24

4 技术要求

4.1 外观

乙酰磺胺酸钾为无色结晶或结晶性粉末,无气味。

4.2 理化指标见下表:

指 标 名 称	指 标
乙酰磺胺酸钾含量(以干燥品计),%	99.0~101.0
钾(以 K 计),%	17.0~21.0

续表

指 标 名 称	指 标
干燥失重(105℃, 2h), %	≤1.0
pH 值(1%溶液)	6.5~7.5
硫酸盐(以 SO_4^{2-} 计), %	≤0.1
砷(以 As 计), %	≤0.000 3
重金属(以 Pb 计), %	≤0.001 0
铅(以 Pb 计), %	≤0.000 1
氟化物(以 F 计), %	≤0.003

5 试验方法

5.1 鉴别方法

5.1.1 试剂或材料

——冰乙酸;

——六亚硝基钴钠; 10% 溶液。

5.1.2 操作步骤

a) 紫外吸收: 取试样 0.01 g, 溶于 1 000 mL 蒸馏水中, 该溶液在波长 (227 ± 2) nm 处有吸收峰;

b) 颜色反应: 取试样 0.3 g, 加入冰醋酸 1 mL 和水 5 mL, 然后滴加数滴 10% 亚硝基钴钠溶液, 即生成黄色沉淀。

5.2 乙酰磺胺酸钾含量的测定

5.2.1 原理

本标准采用非水滴定法测定乙酰磺胺酸钾的含量。

5.2.2 试剂或材料

——冰醋酸;

——乙酸酐;

——结晶紫指示液; 0.5% 乙酸溶液;

——无水乙酸: 取冰醋酸适量, 按含水量计算, 冰醋酸 1 g 加乙酸酐 5.22 mL 即得;

——高氯酸: 0.1 mol/L 标准溶液。

5.2.3 仪器

一般实验室仪器和自动滴定管。

5.2.4 试样的制备

取试样 10 g, 研磨成粉, 于 105℃ 烘箱干燥 2 h, 至恒重, 存放于干燥器中备用。

5.2.5 操作步骤

取干燥失重试样 0.15 g (准确至 0.000 2 g), 加入无水乙酸 50 mL, 乙酸酐 5.0 mL, 加热摇溶后, 冷至室温。加入结晶紫指示液 2 滴, 用 0.1 mol/L 高氯酸标准溶液滴定至蓝绿色为止。同时作空白试验。

5.2.6 计算

乙酰磺胺酸钾百分含量 (X_1 , %) 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{c \times \Delta V \times 0.2012}{m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——高氯酸标准溶液浓度, mol/L;

ΔV ——试样消耗高氯酸标准溶液的体积数与空白试验消耗高氯酸标准溶液的体积数之差, mL;

m_1 ——试样质量, g;

0.201 2——1 毫摩尔乙酰磺胺酸钾的克数。

5.2.7 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.3%，取其算术平均值为分析结果。

5.3 钾含量的测定

5.3.1 原理

本标准采用原子吸收分光光度法在钾的发射谱线 766.5 nm 处测定样品溶液和标准溶液的吸收值，通过绘制工作曲线，读出样品溶液浓度。

5.3.2 试剂或材料

- 氯化钾标准物质(光谱纯)；
- 氯化钠标准物质(光谱纯)；20%水溶液；
- 浓盐酸。

5.3.3 仪器

适合的原子吸收分光光度计(带钾空心阴极灯和乙炔火焰)以及一般试验室用仪器。

5.3.4 标准溶液

称取 105℃干燥 2 h 后的氯化钾 0.190 7 g，溶解并定容至 1 000 mL 的容量瓶中，摇匀。取此溶液 100.0 mL 于第二个 1 000 mL 容量瓶中，用水定容摇匀后得贮备液，此贮备液含钾 10 μg/mL(相当于 19.07 μg 氯化钾)。取此贮备液 10.0、15.0 和 20.0 mL 分别放于三个 100 mL 容量瓶中，各加 20%氯化钠溶液 2.0 mL、浓盐酸 1.0 mL，用水稀释至刻度，摇匀。此标准溶液系列含钾分别为：1.0、1.5 和 2.0 μg/mL。

5.3.5 样品溶液

准确称量样品 0.160 g，用水溶解并定容至 1 000 mL 容量瓶中，摇匀。过滤此溶液 50 mL，转移 5 mL 滤液至另一 100 mL 容量瓶中，加入 20%氯化钠溶液 2.0 mL 和浓盐酸 1.0 mL，用水稀释至刻度，摇匀。

5.3.6 操作步骤

在带钾空心阴极灯和空气/乙炔火焰的原子吸收分光光度计上，以水为空白，在钾的发射谱线 766.5 nm 处测定标准溶液和样品溶液的吸收值。绘制吸收值—浓度(μg/mL 钾)标准工作曲线。根据样品溶液吸收值从标准工作曲线上得到样品溶液的浓度 c (μg/mL)。

5.3.7 计算

样品乙酰磺胺酸钾中钾的百分含量(X_2 , %)按式(2)计算：

$$X_2 = \frac{2000c}{m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中： c ——样品溶液中钾浓度，μg/mL；

m_2 ——用来配制样品溶液的样品质量，mg；

2000——换算数，mL。

5.4 干燥失重的测定

5.4.1 仪器

- 一般实验室仪器和玛瑙研钵(Φ50mm)；
- 电热恒温干燥箱(200℃)或红外线干燥箱。

5.4.2 操作步骤

取研细试样 0.5 g(准确至 0.000 2 g)，于 105℃电热恒温干燥箱干燥至恒重，或置于红外线干燥箱内干燥 2 h。

5.4.3 计算

干燥失重百分率(X_3 , %)按式(3)计算：

$$X_3 = \frac{m_3 - m_4}{m_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中： m_3 ——干燥前试样质量，g；

m_4 ——干燥后试样质量，g。

5.4.4 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.1%，取其算术平均值为分析结果。

5.5 pH 值的测定

5.5.1 试剂或材料

磷酸盐标准溶液(pH 为 7.0)。

5.5.2 仪器

pH 计一台。

5.5.3 操作步骤

称量乙酰磺胺酸钾 1 g，溶于 100 mL 无离子水中。用经校正的 pH 计测定溶液的 pH 值。

5.6 硫酸盐的测定

5.6.1 原理

硫酸盐可与氯化钡形成白色硫酸钡沉淀。根据这一性质，通过判断溶液的浊度来判断硫酸根离子的浓度。

5.6.2 试剂或材料

——盐酸：1 mol/L 溶液；

——氯化钡：5%，现配现用；

——硫酸盐标准溶液：含 0.1 mg/mL SO_4^{2-} 的标准溶液。

5.6.3 操作步骤

称取样品 10 g(准确至 0.1 g)，加 100 mL 热水，边充分振摇混合，边加热 5 min。冷却后，加水至 100 mL，过滤。分别取滤液 40 mL、标准溶液 40 mL 于 2 支 50 mL 比色管，各加入盐酸 5 mL 及氯化钡溶液 3 mL，摇匀，放置 10 min，试样所呈浊度不得大于标准溶液。

5.7 砷的测定

按 GB/T 8450 测定。

5.8 重金属的测定

按 GB/T 8451 测定。

5.9 铅的测定

按 GB/T 8449 测定。

5.10 氟的测定

按 GB/T 5009.18 中第三法，即氟离子选择电极法进行。

6 检验规则

6.1 一个生产周期的产品为一批。

6.2 从每批桶数或箱数的 10% 中取试样，小批时不得少于 3 个包装，取出不少于 100 g 的样品，将选取的试样迅速混合，取检验需要的量三倍，用于检验分析。

6.3 如果检验结果中有一项指标不符合本标准时，应重新自两倍数量的包装中取样进行核验，产品重新检验的结果，即使只有一项指标不符合本标准要求时，则整批产品判定为不合格产品。

7 标志、包装、贮存、运输

7.1 乙酰磺胺酸钾分 25 kg 和 20 kg 两种包装。25 kg 为桶装，产品先装入食品级聚乙烯袋，封口，盛于

木桶或纸板桶内。20 kg 为纸箱装,产品先用食品级聚乙烯袋按 1 kg 分为小袋装,然后每 20 小袋装入衬有食品级聚乙烯袋的纸箱。净含量允许偏差为 ± 0.01 kg(袋装),或 ± 0.1 kg(桶装),但每 10 袋(桶)平均净含量不得少于标示值。

7.2 在大包装上应注明食品添加剂字样、产品名称、型号、生产厂名、地址、商标、生产许可证号、卫生许可证号、生产日期和保质期等。小包装上除注明上述内容外,还应注明产品使用说明。

7.3 产品应存放在阴凉干燥的仓库中,应垫离地面 100 mm 以上,避免受热受潮。本品在贮运中不得与有毒物质混装、混运、一起堆放。

7.4 运输必须有遮盖物,避免日晒雨淋、受热及撞击,搬运、装卸应小心轻放。

7.5 在本标准规定的保存条件下,本产品保质期为 2 年。两年后抽样检验结果仍符合本标准要求时,则仍可使用。
