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—1995

代替 GB 12488—90

Food additive

Sodium cyclamate

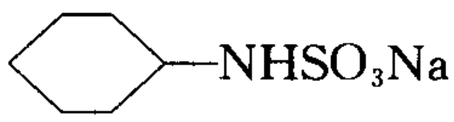
1 主题内容与适用范围

本标准规定了食品添加剂环己基氨基磺酸钠(甜蜜素)的技术要求、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合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,作食品甜味剂使用。该产品可用于饮料、冷冻饮品、糕点、蜜饯、配制酒、酱菜和医药辅料等。

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 237.24

无水品 201.22(按 1991 年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6284 化工产品中水分含量测定的通用方法 重量法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 8450 食品添加剂中砷的测定方法

GB/T 8451 食品添加剂中重金属限量试验方法

3 产品分类

本品有 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。

4 技术要求

4.1 外观

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。

4.2 产品应符合下表要求。

国家技术监督局 1995-08-17 批准 1996-07-01 实施

项　　目		指　　标	
		A　型	B　型
环己基氨基磺酸钠(以干基计),%	≥	98.0	
加热减量,%	≤	1.0	15.5
pH 值		5.5～7.5	
硫酸盐(以 SO_4 计),%	≤	0.05	
砷(以 As 计),%	≤	0.000 1	
重金属(以 Pb 计),%	≤	0.001	
透明度(以 100 g/L 溶液的透光率表示),%	≥	95	
环己胺,%	≤	0.002 5	
双环己胺		符合要求	

5　试验方法

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和蒸馏水或相应纯度的水。试验中所用标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他规定时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603之规定制备。

5.1　鉴别试验

5.1.1　试剂和溶液

a.　乙醚;

b.　硝酸;

c.　硝酸银溶液:17 g/L;

d.　亚硝酸钠溶液:100 g/L;

e.　盐酸溶液:3→10;

f.　硝酸溶液:3→50;

g.　氯化钡溶液:50 g/L;

h.　氢氧化钠溶液:50 g/L。

5.1.2　分析步骤

5.1.2.1　取铂丝蘸取本品少许,在无色火焰中燃烧,火焰即显黄色。

5.1.2.2　取试样 3 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。

5.1.2.3　取试样 0.3 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 5.1.2.4 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。

5.1.2.4　取 5.1.2.3 下经乙醚抽提得的水层,加入氯化钡溶液 1 mL,生成白色沉淀。

5.2　环己基氨基磺酸钠含量测定

5.2.1　方法提要

经加热减量后的试样加冰乙酸，加热溶解，再冷却至室温，在结晶紫指示液存在下，用高氯酸标准滴定溶液滴定至溶液由紫色变为蓝绿色为终点。

5.2.2 试剂和溶液

a. 冰乙酸；

b. 高氯酸标准滴定溶液：$c(HClO_4)=0.1$ mol/L；

c. 结晶紫指示液：2 g/L。称取结晶紫 0.2 g，溶于冰乙酸中，用冰乙酸稀释至 100 mL。

5.2.3 分析步骤

称取经 105℃干燥 2 h 的试样 0.3 g(精确至 0.000 2 g)于锥形瓶中，加冰乙酸 30 mL，加热使之溶解，冷至室温后，加结晶紫指示液 4～5 滴，用高氯酸标准滴定溶液滴定至溶液由紫色变为蓝绿色为终点，同时做空白试验。

5.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的环己基氨基磺酸钠($C_6H_{12}NNaO_3S$)含量(X_1)按式(1)计算：

$$X_1=\frac{\Delta V\times c\times 0.201\ 2}{m}\times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：ΔV——试料消耗高氯酸标准滴定溶液的体积数与空白试验消耗高氯酸标准滴定溶液体积数之差，mL；

c——高氯酸标准滴定溶液实际浓度，mol/L；

m——试料质量，g；

0.201 2——与 1.00 mL 高氯酸标准滴定溶液[$c(HClO_4)=1.000$ mol/L]相当的环己基氨基磺酸钠的以克表示的质量。

5.2.5 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。

5.2.6 校正

若滴定试料与标定高氯酸标准滴定溶液时，室温差别超过 10℃，则应重新标定，若未超过 10℃时，则可根据式(2)将高氯酸标准滴定溶液的浓度(c_1)加以校正。

$$c_2=\frac{c_1}{1+0.001\ 1(t_2-t_1)} \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：0.001 1——冰乙酸的膨胀系数；

t_1——标定高氯酸标准滴定溶液时的室温，℃；

t_2——滴定试料时的室温，℃；

c_2——t_2℃时高氯酸标准滴定溶液的浓度，mol/L。

5.3 加热减量的测定

5.3.1 方法提要

试样在烘箱内干燥至恒重，失去吸附水和结晶水以及易挥发性物质，称重计算之损失量。

5.3.2 分析步骤

称取试样 2 g(精确至 0.000 2 g)于已恒重的称量瓶中，在 105℃恒温箱中，干燥 2 h，取出放入干燥器内，冷却至室温后称量。直至恒重。

5.3.3 分析结果表述

以质量百分数表示的加热减量(X_2)按式(3)计算。

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2)}{m_0} \times 100 \qquad \cdots\cdots(3)$$

式中：m_0——试料质量，g；

m_1——称量瓶和试料在干燥前的质量，g；

m_2——称量瓶和试料在干燥后的质量，g。

5.3.4 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。

5.4 pH 值

称取试样 10 g(精确至 0.1 g)，溶于新煮沸后冷却的水中，并稀释至 100 mL，用酸度计测定。

5.5 硫酸盐含量测定

5.5.1 试剂和溶液

a. 95%乙醇；

b. 盐酸溶液：3→10；

c. 氯化钡溶液：250 g/L；

d. 硫酸盐标准溶液(每 1 mL 含 0.1 mgSO_4)。

5.5.2 分析步骤

称取试样 1 g(精确至 0.01 g)，溶于约 40 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，准确取 10 mL 上述溶液，置于 25 mL 比色管中，加入 5 mL95%乙醇，1 mL 盐酸溶液，在振摇下滴加 3 mL 氯化钡溶液，用水稀释至 25 mL，摇匀，放置 10 min，所呈浊度不得大于标准。

标准是取 0.5 mL 硫酸盐标准溶液与试样同时同样处理。

5.6 砷含量测定

按 GB/T 8450 中的砷斑法进行测定。

砷标准溶液，每毫升含 0.001 mg 砷。

5.7 重金属含量测定

按 GB/T 8451 硫化氢法进行测定。

铅标准溶液，每毫升含 0.01 mgPb。

5.8 透明度的测定

称取试样 2.50 g(精确至 0.01 g)，置于 25 mL 容量瓶中，加水溶解，并稀释至刻度，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%。

5.9 环己胺含量测定

5.9.1 试剂和溶液

a. 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。

b. 甲基橙硼酸溶液：称取甲基橙 200 mg 和硼酸 3.5 g，加水 100 mL，置水浴上加热使其溶解，静置 24 h 以上，用前过滤。

c. 三氯甲烷与正丁醇混合液：20+1。

d. 甲醇与硫酸混合液：50+1。

e. 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 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 5.0 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。

5.9.2 分析步骤

称取试样 10 g(精确至 0.1 g),置 100 mL 容量瓶中,加水溶解,并用水稀释至刻度,摇匀。准确吸取上述溶液与环已胺标准溶液各 10 mL,分别置于 60 mL 分液漏斗中,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,量取三氯甲烷提取液 10.0 mL,置另一 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,分别量取三氯甲烷溶液 5.0 mL,置比色管中,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。

5.10 双环已胺含量的测定

5.10.1 试剂和溶液

a. 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;

b. 氢氧化钠溶液:40 g/L;

c. 碳酸氢钠溶液:8.4 g/L;

d. 盐酸溶液:1→12;

e. 试剂 A:称取溴酚蓝 75 mg,加水 60 mL,加碳酸氢钠溶液 10 mL,搅拌使其溶解,以盐酸溶液调 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;

f. 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。

5.10.2 仪器

a. 分光光度计,5 cm 吸收池;

b. 分液漏斗,250 mL。

5.10.3 分析步骤

称取试样 10.0 g(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、5、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,三氯甲烷调零,测定试剂空白及试料溶液的吸光度,其吸光度差值不大于 0.20 为符合要求。

6 检验规则

6.1 本标准所列的全部技术指标项目为型式检验项目,在正常生产情况下,每半年进行一次型式检验,其中 5.2、5.3、5.4、5.5、5.6、5.7、5.8 等七项为出厂检验项目。

6.2 本品应由生产厂的质量监督检验部门进行检验,生产厂保证所有出厂产品均符合本标准要求,每批出厂产品都应附有质量说明书。其内容包括:生产厂名称、厂址、产品名称、生产许可证号、商标、规格、标准编号、批号、生产日期、保质期。

6.3 使用单位可按照本标准规定的检验规则和方法对所收到的产品进行质量检验。

6.4 产品以每次投料为一批。

6.5 每批产品的抽样量按 GB/T 6678 中 6.6 之规定进行,每批总的样品不少于 100 g。将选取的试样迅速混匀,缩分装瓶(袋),瓶(袋)上粘贴标签,注明生产厂名称、产品名称、批号、规格、取样日期及取样人姓名。一瓶(袋)送检验部门检验,另一瓶(袋)密封保存二年备查。

6.6 如果在检验中有一项指标不符合标准时,应重新自两倍量的包装中进行核验。产品重新检验结果即使只有一项指标不符合标准时,则整批为不合格品。

6.7 如供需双方对产品质量发生异议时,按《中华人民共和国产品质量法》的规定办理。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 内外包装均应标明产品名称、生产厂名、厂址、商标、生产许可证号、净重量、标准代号、批号、生产

日期、保质期、并标明“食品添加剂”字样。

7.2 本品内包装为符合食品使用的塑料袋，密封，外包装为纸桶或聚丙烯编织袋，封牢。包装单位为1、15、25 kg或根据用户要求包装。

7.3 本品应贮存于干燥处，防止受潮。

7.4 本品不得与有毒、有害物质混放，混运。

7.5 本品在符合贮存要求、包装完整条件下保质期为两年。两年后抽样检验结果仍符合本标准要求时，则仍可使用。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由北京化工研究院、卫生部食品卫生监督检验所归口。

本标准由广东中山食品添加剂厂、广东省食品卫生监督检验所、广东深圳方大添加剂有限公司、广州医药工业研究所负责起草。

本标准主要起草人吴志成、江月碧、温辉萍、佘培柱。

本标准1991年6月1日首次发布实施。

本标准等效采用联合国粮农组织/世界卫生组织食品添加剂联合专家委员会(FAO/WHO JECFA) CXAS—1983《环已基氨基磺酸钠》。