

ICS 71.080.40
X 42
备案号:18216—2006

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3883—2006

食品添加剂 甘氨酸(氨基乙酸)

Food additive glycine(Aminoacetic acid)

2006-07-26 发布

2007-03-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准与《日本食品添加物公定书》第七版(1999)“甘氨酸”(日文版)的一致性程度为非等效。

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/TC63/SC2)和全国食品添加剂标准化技术委员会(SAC/TC11)归口。

本标准由河北东华化工总公司负责起草。

本标准参加起草单位:南通市东昌化工有限公司。

本标准主要起草人:左更文、闫森林、尹新波、赵建芬、康玉静。

食品添加剂 甘氨酸(氨基乙酸)

1 范围

本标准规定了食品添加剂甘氨酸(氨基乙酸)的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于由一氯乙酸氨化工艺制得的工业氨基乙酸经纯化水溶解、活性炭脱色等工艺重结晶制得的食品添加剂甘氨酸。

分子式: $\text{C}_2\text{H}_5\text{NO}_2$

结构式: $\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH}$

相对分子质量:75.07(按2001年国际相对原子质量)

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 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602—2001, neq ISO 6353-1 : 1982, Reagents for chemical analysis—Part 1: General test methods)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002, neq ISO 6353-1 : 1982, Reagents for chemical analysis—Part 1: General test methods)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判断方法

GB/T 5009.75 食品添加剂中铅的测定

GB/T 5009.76—2003 食品添加剂中砷的测定

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, eqv ISO 3696 : 1987)

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

3 外观

白色结晶性颗粒或结晶性粉末。

4 要求

食品添加剂甘氨酸应符合表1所示的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标
氨基乙酸(以干基计)的质量分数/%	98.5~101.5
氯化物(以 Cl 计)的质量分数/% ≤	0.010
重金属(以 Pb 计)的质量分数/% ≤	0.002
砷(As)的质量分数/% ≤	0.000 1
铅(Pb)的质量分数/% ≤	0.000 5
干燥减量的质量分数/% ≤	0.20
灼烧残渣的质量分数/% ≤	0.10
澄清度试验	合格
pH 值(50 g/L 水溶液)	5.5~7.0

5 试验方法

5.1 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。

5.2 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 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、GB/T 603 之规定制备。

5.3 鉴别试验

5.3.1 试剂

5.3.1.1 茚满三酮溶液:1 g/L。称取 1.0 g 茚满三酮,溶于水,稀释至 1 000 mL。

5.3.1.2 盐酸溶液:1+3。

5.3.1.3 亚硝酸钠溶液:100 g/L。称取 100.0 g 亚硝酸钠,溶于水,稀释至 1 000 mL。

5.3.1.4 变色酸溶液:称取 0.5 g 变色酸,加硫酸(2+1)50 mL 摇混,离心分离,使用上层清液。本溶液需使用前配制。

5.3.2 分析步骤

5.3.2.1 茚满三酮试验

称取约 0.1 g 样品,溶于 100 mL 水中,取此溶液 5 mL,加茚满三酮溶液 1 mL,加热至沸约 3min 后显紫色。

5.3.2.2 亚硝基试验

称取约 1 g 样品,溶于 10 mL 水中,取此溶液 5 mL,加盐酸溶液 5 滴和新配制的亚硝酸钠溶液 1 mL,产生无色气体。把此溶液 5 滴滴入小试管内,煮沸后在水浴上蒸干,冷却,向残留物中加变色酸溶液 5 滴~6 滴,在水浴中加热 10min~30min 后显深紫色。

5.4 氨基乙酸含量的测定

5.4.1 方法提要

试样以甲酸为助溶剂,冰乙酸为溶剂,以结晶紫为指示剂,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氨基乙酸的含量。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 冰乙酸。

5.4.2.2 无水甲酸。

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

5.4.2.4 结晶紫指示液： 2 g/L 。

5.4.3 分析步骤

5.4.3.1 称取约 0.15 g 4.9.2 中干燥物 A，精确至 0.0001 g ，置于 250 mL 干燥的锥形瓶中，加 1 mL 无水甲酸溶解，加 30 mL 冰乙酸，加 2 滴结晶紫指示液，用高氯酸标准滴定溶液滴定至亮蓝绿色为终点。

5.4.3.2 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。

5.4.4 结果计算

氨基乙酸含量的质量分数 w_1 ，数值以 % 表示，按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_2)cM}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V_1 ——试料消耗高氯酸标准滴定溶液(4.4.2.3)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(4.4.2.3)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 ——甘氨酸的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol) ($M=75.07$)。

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% 。

5.5 氯化物(以 Cl 计)含量的测定

5.5.1 方法提要

将样品溶于水，在酸性条件下，加入硝酸银产生白色浑浊，与标准比浊液进行比较，做限量试验。

5.5.2 试剂

5.5.2.1 硝酸溶液： $1+9$ 。

5.5.2.2 硝酸银溶液： 17 g/L 。

5.5.2.3 氯化物(Cl)标准溶液： 0.1 mg/mL 。

5.5.3 分析步骤

称取 1 g 实验室样品，精确至 0.01 g ，置于 50 mL 比色管中，加 30 mL 水溶解，加 6 mL 硝酸溶液，加水至 50 mL 为样品溶液。另取一只比色管，加入 1.00 mL 氯化物(Cl)标准溶液，加 30 mL 水，加 6 mL 硝酸溶液及水配至 50 mL 为标准比浊液。向样品溶液及标准比浊液中各加 1 mL 硝酸银溶液，充分混匀，避开日光直射，放置 5 min ，在黑色背景下侧面或轴向进行观察，检测液的浊度不得大于标准比浊液的浊度。

5.6 重金属(以 Pb 计)含量的测定

5.6.1 方法提要

在弱酸性条件下，样品中的重金属(以 Pb 计)与硫化钠作用生成棕黑色，与同法处理的铅(Pb)标准溶液比较，做限量试验。

5.6.2 试剂

5.6.2.1 乙酸溶液： $1+20$ 。

5.6.2.2 硫化钠溶液：称取硫化钠 5 g ，精确至 0.01 g ，用 10 mL 水和 30 mL 丙三醇(甘油)的混合液溶解。

5.6.2.3 铅(Pb)标准溶液： 0.01 mg/mL 。

5.6.3 分析步骤

称取 1 g 实验室样品,精确至 0.01 g 于 50 mL 比色管中,加 40 mL 水溶解,加 2 mL 乙酸溶液用水稀释至 50 mL,加 2 滴硫化钠溶液摇匀,于暗处放置 10min,所呈颜色不得深于标准。标准是吸取 2.00 mL 铅(Pb)的限量标准液(含铅 0.02 mg),与试样同时同样处理。

5.7 砷(以 As 计)含量的测定

按 GB/T 5009.76—2003 中第二法砷斑法的规定进行。测定时称取约 1.0 g 实验室样品,精确至 0.01 g。标准是吸取 1.00 mL 砷的限量标准液(含砷 0.001 mg)与试样同时同样处理。

5.8 铅含量的测定

按 GB/T 5009.75 的规定进行,测定时称取 1 g 实验室样品,精确至 0.01 g,加 10 mL 水溶解。标准是吸取 0.50 mL 铅的限量标准液(含铅 0.005 mg)与试样同时同样处理。

5.9 干燥减量的测定

5.9.1 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。

5.9.2 分析步骤

称取约 1 g 实验室样品,精确至 0.000 2 g,置于预先在(105±2)℃干燥至质量恒定的称量瓶中,铺成 5 mm 以下的层。在(105±2)℃的恒温干燥箱中干燥 3 h,置于干燥器中冷却 30min 称量。保留干燥物 A 用于氨基乙酸含量的测定。

5.9.3 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:

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

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 %。

5.10 灼烧残渣含量的测定

5.10.1 试剂

5.10.1.1 硫酸。

5.10.1.2 硫酸溶液:1+8。

5.10.2 分析步骤

称取 2 g~3 g 实验室样品,精确至 0.000 1 g,置于在(800±25)℃灼烧至质量恒定的瓷坩锅中,加入适量的硫酸溶液将样品完全浸湿。用温火加热,至样品完全炭化,冷却。加约 0.5 mL 硫酸浸湿残渣,用上述方法加热至硫酸蒸气逸尽。在(800±25)℃灼烧 45min。放入干燥器中冷却至室温,称量。

5.10.3 结果计算

灼烧残渣的质量分数 w_3 ,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——残渣质量的数值,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 0.02 %。

5.11 澄清度试验

5.11.1 方法提要

将样品溶于水,与标准比浊溶液进行比较。

5.11.2 试剂

5.11.2.1 硝酸溶液:1+2。

5.11.2.2 糊精溶液:20 g/L。

5.11.2.3 硝酸银溶液:20 g/L。

5.11.2.4 浊度标准溶液:含氯(Cl) 0.01 mg/mL。量取 $c(\text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/L}$ 盐酸标准滴定溶液 $(14.1 \pm 0.02) \text{ mL}$, 置于 50 mL 容量瓶中, 稀释至刻度。量取该溶液 $(10 \pm 0.02) \text{ mL}$ 于 1 000 mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀。

5.11.3 分析步骤

称取约 1.0 g 实验室样品, 精确至 0.01 g, 置于比色管中, 加 20 mL 水溶解, 作为试验溶液; 取另一只比色管, 准确加入 0.20 mL 浊度标准溶液, 加水至 20 mL, 加 1 mL 硝酸溶液, 0.2 mL 糊精溶液及 1 mL 硝酸银溶液, 摇匀, 避光放置 15 min, 作为标准比浊溶液。

在无阳光直射情况下, 轴向及侧向观察, 试验溶液的浊度不得大于标准比浊溶液的浊度。

5.12 pH 值的测定

按 GB/T 9724 的规定进行。测定时, 称取 1.0 g 实验室样品, 精确至 0.01 g, 加 20 mL 无二氧化碳的水溶解后进行测定。

6 检验规则

6.1 检验分类

检验分为出厂检验和型式检验。

6.1.1 出厂检验

表 1 中的氨基乙酸的质量分数、氯化物的质量分数、重金属的质量分数、干燥减量的质量分数和灼烧残渣的质量分数为出厂检验项目。应逐批进行检验。

6.1.2 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, 也应进行型式检验:

- 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。

6.2 组批

以每一班产品或多班次经混合均匀的产品为一批。

6.3 采样

按 GB/T 6678 和 GB/T 6679 的规定采样。将样品混匀按四分法缩分至不少于 200 g, 分装于 2 个清洁干燥的密封样品袋中, 贴好标签, 标签上注明产品名称、批号或生产日期等一袋供检验用, 另一袋作为留样保存备查。

6.4 质量证明书

食品添加剂甘氨酸应由生产厂的质量检验部门按本标准检验, 生产厂应保证出厂的产品均符合本标准要求, 每批出厂的产品都应附有一定格式的质量证明书, 其内容包括: 生产厂名称、产品名称、产品批号或生产日期和本标准的编号等。

6.5 判定规则与复检

检验结果的判定按 GB/T 1250 中修约值比较法进行, 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, 检验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。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

食品添加剂甘氨酸包装容器上应有牢固明显的标志内容包括：生产厂名称、地址、卫生许可证号、批号或生产日期、净质量、保质期，产品质量符合本标准的证明和本标准编号。并在标志上明确标示“食品添加剂”字样。

7.2 包装

食品添加剂甘氨酸用内衬塑料薄膜的编织袋、牛皮纸袋、复合袋或桶包装。每袋或每桶净质量为 25 kg 或 20 kg，也可根据客户的要求进行包装。

7.3 运输和贮存

食品添加剂应贮存于阴凉、防尘、干燥处。运输过程中要防止日晒、雨淋，运输工具要清洁，防止包装袋破损。在贮运中禁止与有毒、有害、有腐蚀性物质及其他污染物混贮、混运。

7.4 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，食品添加剂甘氨酸的保质期为 24 个月。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。
