



# 中华人民共和国国家标准

GB 14880—2012

---

## 食品安全国家标准 食品营养强化剂使用标准

2012-03-15 发布

2013-01-01 实施

---

中华人民共和国卫生部 发布

## 前 言

本标准代替 GB 14880—1994《食品营养强化剂使用卫生标准》。

本标准与 GB 14880—1994 相比,主要变化如下:

- 标准名称改为《食品安全国家标准 食品营养强化剂使用标准》;
- 增加了卫生部 1997 年~2012 年 1 号公告及 GB 2760—1996 附录 B 中营养强化剂的相关规定;
- 增加了术语和定义;
- 增加了营养强化的主要目的、使用营养强化剂的要求和可强化食品类别的选择要求;
- 在风险评估的基础上,结合本标准的食品类别(名称),调整、合并了部分营养强化剂的使用品种、使用范围和使用量,删除了部分不适宜强化的食品类别;
- 列出了允许使用的营养强化剂化合物来源名单;
- 增加了可用于特殊膳食用食品的营养强化剂化合物来源名单和部分营养成分的使用范围和使用量;
- 增加了食品类别(名称)说明;
- 删除了原标准中附录 A“食品营养强化剂使用卫生标准实施细则”;
- 保健食品中营养强化剂的使用和食用盐中碘的使用,按相关国家标准或法规管理。

# 食品安全国家标准

## 食品营养强化剂使用标准

### 1 范围

本标准规定了食品营养强化的主要目的、使用营养强化剂的要求、可强化食品类别的选择要求以及营养强化剂的使用规定。

本标准适用于食品中营养强化剂的使用。国家法律、法规和(或)标准另有规定的除外。

### 2 术语和定义

#### 2.1 营养强化剂

为了增加食品的营养成分(价值)而加入到食品中的天然或人工合成的营养素和其他营养成分。

#### 2.2 营养素

食物中具有特定生理作用,能维持机体生长、发育、活动、繁殖以及正常代谢所需的物质,包括蛋白质、脂肪、碳水化合物、矿物质、维生素等。

#### 2.3 其他营养成分

除营养素以外的具有营养和(或)生理功能的其他食物成分。

#### 2.4 特殊膳食用食品

为满足特殊的身体或生理状况和(或)满足疾病、紊乱等状态下的特殊膳食需求,专门加工或配方的食品。这类食品的营养素和(或)其他营养成分的含量与可类比的普通食品有显著不同。

### 3 营养强化的主要目的

3.1 弥补食品在正常加工、储存时造成的营养素损失。

3.2 在一定的地域范围内,有相当规模的人群出现某些营养素摄入水平低或缺乏,通过强化可以改善其摄入水平低或缺乏导致的健康影响。

3.3 某些人群由于饮食习惯和(或)其他原因可能出现某些营养素摄入量水平低或缺乏,通过强化可以改善其摄入水平低或缺乏导致的健康影响。

3.4 补充和调整特殊膳食用食品中营养素和(或)其他营养成分的含量。

### 4 使用营养强化剂的要求

4.1 营养强化剂的使用不应导致人群食用后营养素及其他营养成分摄入过量或不均衡,不应导致任何营养素及其他营养成分的代谢异常。

4.2 营养强化剂的使用不应鼓励和引导与国家营养政策相悖的食品消费模式。

4.3 添加到食品中的营养强化剂应能在特定的储存、运输和食用条件下保持质量的稳定。

4.4 添加到食品中的营养强化剂不应导致食品一般特性如色泽、滋味、气味、烹调特性等发生明显不良改变。

4.5 不应通过使用营养强化剂夸大食品中某一营养成分的含量或作用误导和欺骗消费者。

### 5 可强化食品类别的选择要求

5.1 应选择目标人群普遍消费且容易获得的食品进行强化。

5.2 作为强化载体的食品消费量应相对比较稳定。

5.3 我国居民膳食指南中提倡减少食用的食品不宜作为强化的载体。

## 6 营养强化剂的使用规定

6.1 营养强化剂在食品中的使用范围、使用量应符合附录 A 的要求,允许使用的化合物来源应符合附录 B 的规定。

6.2 特殊膳食用食品中营养素及其他营养成分的含量按相应的食品安全国家标准执行,允许使用的营养强化剂及化合物来源应符合本标准附录 C 和(或)相应产品标准的要求。

## 7 食品类别(名称)说明

食品类别(名称)说明用于界定营养强化剂的使用范围,只适用于本标准,见附录 D。如允许某一营养强化剂应用于某一食品类别(名称)时,则允许其应用于该类别下的所有类别食品,另有规定的除外。

## 8 营养强化剂质量标准

按照本标准使用的营养强化剂化合物来源应符合相应的质量规格要求。



附 录 A  
食品营养强化剂使用规定

食品营养强化剂使用规定见表 A.1。

表 A.1 营养强化剂的允许使用品种、使用范围<sup>a</sup> 及使用量

营养强化剂	食品分类号	食品类别(名称)	使用量
维生素类			
维生素 A	01.01.03	调制乳	600 μg/kg~1 000 μg/kg
	01.03.02	调制乳粉(儿童用乳粉和孕产妇用乳粉除外)	3 000 μg/kg~9 000 μg/kg
		调制乳粉(仅限儿童用乳粉)	1 200 μg/kg~7 000 μg/kg
		调制乳粉(仅限孕产妇用乳粉)	2 000 μg/kg~10 000 μg/kg
	02.01.01.01	植物油	4 000 μg/kg~8 000 μg/kg
	02.02.01.02	人造黄油及其类似制品	4 000 μg/kg~8 000 μg/kg
	03.01	冰淇淋类、雪糕类	600 μg/kg~1 200 μg/kg
	04.04.01.07	豆粉、豆浆粉	3 000 μg/kg~7 000 μg/kg
	04.04.01.08	豆浆	600 μg/kg~1 400 μg/kg
	06.02.01	大米	600 μg/kg~1 200 μg/kg
	06.03.01	小麦粉	600 μg/kg~1 200 μg/kg
	06.06	即食谷物,包括碾轧燕麦(片)	2 000 μg/kg~6 000 μg/kg
	07.02.02	西式糕点	2 330 μg/kg~4 000 μg/kg
	07.03	饼干	2 330 μg/kg~4 000 μg/kg
	14.03.01	含乳饮料	300 μg/kg~1 000 μg/kg
	14.06	固体饮料类	4 000 μg/kg~17 000 μg/kg
	16.01	果冻	600 μg/kg~1 000 μg/kg
	16.06	膨化食品	600 μg/kg~1 500 μg/kg
β-胡萝卜素	14.06	固体饮料类	3 mg/kg~6 mg/kg
维生素 D	01.01.03	调制乳	10 μg/kg~40 μg/kg
	01.03.02	调制乳粉(儿童用乳粉和孕产妇用乳粉除外)	63 μg/kg~125 μg/kg
		调制乳粉(仅限儿童用乳粉)	20 μg/kg~112 μg/kg
		调制乳粉(仅限孕产妇用乳粉)	23 μg/kg~112 μg/kg
	02.02.01.02	人造黄油及其类似制品	125 μg/kg~156 μg/kg
	03.01	冰淇淋类、雪糕类	10 μg/kg~20 μg/kg
	04.04.01.07	豆粉、豆浆粉	15 μg/kg~60 μg/kg
	04.04.01.08	豆浆	3 μg/kg~15 μg/kg

表 A.1 (续)

营养强化剂	食品分类号	食品类别(名称)	使用量
维生素 D	06.05.02.03	藕粉	50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~100 $\mu\text{g}/\text{kg}$
	06.06	即食谷物,包括碾轧燕麦(片)	12.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~37.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$
	07.03	饼干	16.7 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~33.3 $\mu\text{g}/\text{kg}$
	07.05	其他焙烤食品	10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~70 $\mu\text{g}/\text{kg}$
	14.02.03	果蔬汁(肉)饮料(包括发酵型产品等)	2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~10 $\mu\text{g}/\text{kg}$
	14.03.01	含乳饮料	10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~40 $\mu\text{g}/\text{kg}$
	14.04.02.02	风味饮料	2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~10 $\mu\text{g}/\text{kg}$
	14.06	固体饮料类	10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~20 $\mu\text{g}/\text{kg}$
	16.01	果冻	10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~40 $\mu\text{g}/\text{kg}$
	16.06	膨化食品	10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~60 $\mu\text{g}/\text{kg}$
维生素 E	01.01.03	调制乳	12 mg/kg~50 mg/kg
	01.03.02	调制乳粉(儿童用乳粉和孕产妇用乳粉除外)	100 mg/kg~310 mg/kg
		调制乳粉(仅限儿童用乳粉)	10 mg/kg~60 mg/kg
		调制乳粉(仅限孕产妇用乳粉)	32 mg/kg~156 mg/kg
	02.01.01.01	植物油	100 mg/kg~180 mg/kg
	02.02.01.02	人造黄油及其类似制品	100 mg/kg~180 mg/kg
	04.04.01.07	豆粉、豆浆粉	30 mg/kg~70 mg/kg
	04.04.01.08	豆浆	5 mg/kg~15 mg/kg
	05.02.01	胶基糖果	1 050 mg/kg~1 450 mg/kg
	06.06	即食谷物,包括碾轧燕麦(片)	50 mg/kg~125 mg/kg
	14.0	饮料类(14.01,14.06 涉及品种除外)	10 mg/kg~40 mg/kg
14.06	固体饮料	76 mg/kg~180 mg/kg	
16.01	果冻	10 mg/kg~70 mg/kg	
维生素 K	01.03.02	调制乳粉(仅限儿童用乳粉)	420 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~750 $\mu\text{g}/\text{kg}$
		调制乳粉(仅限孕产妇用乳粉)	340 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~680 $\mu\text{g}/\text{kg}$
维生素 B <sub>1</sub>	01.03.02	调制乳粉(仅限儿童用乳粉)	1.5 mg/kg~14 mg/kg
		调制乳粉(仅限孕产妇用乳粉)	3 mg/kg~17 mg/kg
	04.04.01.07	豆粉、豆浆粉	6 mg/kg~15 mg/kg
	04.04.01.08	豆浆	1 mg/kg~3 mg/kg
	05.02.01	胶基糖果	16 mg/kg~33 mg/kg
	06.02	大米及其制品	3 mg/kg~5 mg/kg
06.03	小麦粉及其制品	3 mg/kg~5 mg/kg	

表 A.1 (续)

营养强化剂	食品分类号	食品类别(名称)	使用量
维生素 B <sub>1</sub>	06.04	杂粮粉及其制品	3 mg/kg~5 mg/kg
	06.06	即食谷物,包括碾轧燕麦(片)	7.5 mg/kg~17.5 mg/kg
	07.01	面包	3 mg/kg~5 mg/kg
	07.02.02	西式糕点	3 mg/kg~6 mg/kg
	07.03	饼干	3 mg/kg~6 mg/kg
	14.03.01	含乳饮料	1 mg/kg~2 mg/kg
	14.04.02.02	风味饮料	2 mg/kg~3 mg/kg
	14.06	固体饮料类	9 mg/kg~22 mg/kg
	16.01	果冻	1 mg/kg~7 mg/kg
维生素 B <sub>2</sub>	01.03.02	调制乳粉(仅限儿童用乳粉)	8 mg/kg~14 mg/kg
		调制乳粉(仅限孕产妇用乳粉)	4 mg/kg~22 mg/kg
	04.04.01.07	豆粉、豆浆粉	6 mg/kg~15 mg/kg
	04.04.01.08	豆浆	1 mg/kg~3 mg/kg
	05.02.01	胶基糖果	16 mg/kg~33 mg/kg
	06.02	大米及其制品	3 mg/kg~5 mg/kg
	06.03	小麦粉及其制品	3 mg/kg~5 mg/kg
	06.04	杂粮粉及其制品	3 mg/kg~5 mg/kg
	06.06	即食谷物,包括碾轧燕麦(片)	7.5 mg/kg~17.5 mg/kg
	07.01	面包	3 mg/kg~5 mg/kg
	07.02.02	西式糕点	3.3 mg/kg~7.0 mg/kg
	07.03	饼干	3.3 mg/kg~7.0 mg/kg
	14.03.01	含乳饮料	1 mg/kg~2 mg/kg
	14.06	固体饮料类	9 mg/kg~22 mg/kg
	16.01	果冻	1 mg/kg~7 mg/kg
维生素 B <sub>6</sub>	01.03.02	调制乳粉(儿童用乳粉和孕产妇用乳粉除外)	8 mg/kg~16 mg/kg
		调制乳粉(仅限儿童用乳粉)	1 mg/kg~7 mg/kg
		调制乳粉(仅限孕产妇用乳粉)	4 mg/kg~22 mg/kg
	06.06	即食谷物,包括碾轧燕麦(片)	10 mg/kg~25 mg/kg
	07.03	饼干	2 mg/kg~5 mg/kg
	07.05	其他焙烤食品	3 mg/kg~15 mg/kg
	14.0	饮料类(14.01、14.06 涉及品种除外)	0.4 mg/kg~1.6 mg/kg
	14.06	固体饮料类	7 mg/kg~22 mg/kg
16.01	果冻	1 mg/kg~7 mg/kg	

表 A.1 (续)

营养强化剂	食品分类号	食品类别(名称)	使用量
维生素 B <sub>12</sub>	01.03.02	调制乳粉(仅限儿童用乳粉)	10 μg/kg~30 μg/kg
		调制乳粉(仅限孕产妇用乳粉)	10 μg/kg~66 μg/kg
	06.06	即食谷物,包括碾轧燕麦(片)	5 μg/kg~10 μg/kg
	07.05	其他焙烤食品	10 μg/kg~70 μg/kg
	14.0	饮料类(14.01、14.06 涉及品种除外)	0.6 μg/kg~1.8 μg/kg
	14.06	固体饮料类	10 μg/kg~66 μg/kg
	16.01	果冻	2 μg/kg~6 μg/kg
维生素 C	01.02.02	风味发酵乳	120 mg/kg~240 mg/kg
	01.03.02	调制乳粉(儿童用乳粉和孕产妇用乳粉除外)	300 mg/kg~1 000 mg/kg
		调制乳粉(仅限儿童用乳粉)	140 mg/kg~800 mg/kg
		调制乳粉(仅限孕产妇用乳粉)	1 000 mg/kg~1 600 mg/kg
	04.01.02.01	水果罐头	200 mg/kg~400 mg/kg
	04.01.02.02	果泥	50 mg/kg~100 mg/kg
	04.04.01.07	豆粉、豆浆粉	400 mg/kg~700 mg/kg
	05.02.01	胶基糖果	630 mg/kg~13 000 mg/kg
	05.02.02	除胶基糖果以外的其他糖果	1 000 mg/kg~6 000 mg/kg
	06.06	即食谷物,包括碾轧燕麦(片)	300 mg/kg~750 mg/kg
	14.02.03	果蔬汁(肉)饮料(包括发酵型产品等)	250 mg/kg~500 mg/kg
	14.03.01	含乳饮料	120 mg/kg~240 mg/kg
	14.04	水基调味饮料类	250 mg/kg~500 mg/kg
	14.06	固体饮料类	1 000 mg/kg~2 250 mg/kg
	16.01	果冻	120 mg/kg~240 mg/kg
烟酸(尼克酸)	01.03.02	调制乳粉(仅限儿童用乳粉)	23 mg/kg~47 mg/kg
		调制乳粉(仅限孕产妇用乳粉)	42 mg/kg~100 mg/kg
	04.04.01.07	豆粉、豆浆粉	60 mg/kg~120 mg/kg
	04.04.01.08	豆浆	10 mg/kg~30 mg/kg
	06.02	大米及其制品	40 mg/kg~50 mg/kg
	06.03	小麦粉及其制品	40 mg/kg~50 mg/kg
	06.04	杂粮粉及其制品	40 mg/kg~50 mg/kg
	06.06	即食谷物,包括碾轧燕麦(片)	75 mg/kg~218 mg/kg
	07.01	面包	40 mg/kg~50 mg/kg
07.03	饼干	30 mg/kg~60 mg/kg	

表 A.1 (续)

营养强化剂	食品分类号	食品类别(名称)	使用量
烟酸(尼克酸)	14.0	饮料类(14.01、14.06 涉及品种除外)	3 mg/kg~18 mg/kg
	14.06	固体饮料类	110 mg/kg~330 mg/kg
叶酸	01.01.03	调制乳(仅限孕产妇用调制乳)	400 μg/kg~1 200 μg/kg
	01.03.02	调制乳粉(儿童用乳粉和孕产妇用乳粉除外)	2 000 μg/kg~5 000 μg/kg
		调制乳粉(仅限儿童用乳粉)	420 μg/kg~3 000 μg/kg
		调制乳粉(仅限孕产妇用乳粉)	2 000 μg/kg~8 200 μg/kg
	06.02.01	大米(仅限免淘洗大米)	1 000 μg/kg~3 000 μg/kg
	06.03.01	小麦粉	1 000 μg/kg~3 000 μg/kg
	06.06	即食谷物,包括碾轧燕麦(片)	1 000 μg/kg~2 500 μg/kg
	07.03	饼干	390 μg/kg~780 μg/kg
	07.05	其他焙烤食品	2 000 μg/kg~7 000 μg/kg
	14.02.03	果蔬汁(肉)饮料(包括发酵型产品等)	157 μg/kg~313 μg/kg
	14.06	固体饮料类	600 μg/kg~6 000 μg/kg
	16.01	果冻	50 μg/kg~100 μg/kg
	泛酸	01.03.02	调制乳粉(仅限儿童用乳粉)
调制乳粉(仅限孕产妇用乳粉)			20 mg/kg~80 mg/kg
06.06		即食谷物,包括碾轧燕麦(片)	30 mg/kg~50 mg/kg
14.04.01		碳酸饮料	1.1 mg/kg~2.2 mg/kg
14.04.02.02		风味饮料	1.1 mg/kg~2.2 mg/kg
14.05.01		茶饮料类	1.1 mg/kg~2.2 mg/kg
14.06		固体饮料类	22 mg/kg~80 mg/kg
16.01		果冻	2 mg/kg~5 mg/kg
生物素	01.03.02	调制乳粉(仅限儿童用乳粉)	38 μg/kg~76 μg/kg
胆碱	01.03.02	调制乳粉(仅限儿童用乳粉)	800 mg/kg~1 500 mg/kg
		调制乳粉(仅限孕产妇用乳粉)	1 600 mg/kg~3 400 mg/kg
	16.01	果冻	50 mg/kg~100 mg/kg
肌醇	01.03.02	调制乳粉(仅限儿童用乳粉)	210 mg/kg~250 mg/kg
	14.02.03	果蔬汁(肉)饮料(包括发酵型产品等)	60 mg/kg~120 mg/kg
	14.04.02.02	风味饮料	60 mg/kg~120 mg/kg

表 A.1 (续)

营养强化剂	食品分类号	食品类别(名称)	使用量
矿物质类			
铁	01.01.03	调制乳	10 mg/kg~20 mg/kg
	01.03.02	调制乳粉(儿童用乳粉和孕产妇用乳粉除外)	60 mg/kg~200 mg/kg
		调制乳粉(仅限儿童用乳粉)	25 mg/kg~135 mg/kg
		调制乳粉(仅限孕产妇用乳粉)	50 mg/kg~280 mg/kg
	04.04.01.07	豆粉、豆浆粉	46 mg/kg~80 mg/kg
	05.02.02	除胶基糖果以外的其他糖果	600 mg/kg~1 200 mg/kg
	06.02	大米及其制品	14 mg/kg~26 mg/kg
	06.03	小麦粉及其制品	14 mg/kg~26 mg/kg
	06.04	杂粮粉及其制品	14 mg/kg~26 mg/kg
	06.06	即食谷物,包括碾轧燕麦(片)	35 mg/kg~80 mg/kg
	07.01	面包	14 mg/kg~26 mg/kg
	07.02.02	西式糕点	40 mg/kg~60 mg/kg
	07.03	饼干	40 mg/kg~80 mg/kg
	07.05	其他焙烤食品	50 mg/kg~200 mg/kg
	12.04	酱油	180 mg/kg~260 mg/kg
	14.0	饮料类(14.01及14.06涉及品种除外)	10 mg/kg~20 mg/kg
	14.06	固体饮料类	95 mg/kg~220 mg/kg
	16.01	果冻	10 mg/kg~20 mg/kg
钙	01.01.03	调制乳	250 mg/kg~1 000 mg/kg
	01.03.02	调制乳粉(儿童用乳粉除外)	3 000 mg/kg~7 200 mg/kg
		调制乳粉(仅限儿童用乳粉)	3 000 mg/kg~6 000 mg/kg
	01.06	干酪和再制干酪	2 500 mg/kg~10 000 mg/kg
	03.01	冰淇淋类、雪糕类	2 400 mg/kg~3 000 mg/kg
	04.04.01.07	豆粉、豆浆粉	1 600 mg/kg~8 000 mg/kg
	06.02	大米及其制品	1 600 mg/kg~3 200 mg/kg
	06.03	小麦粉及其制品	1 600 mg/kg~3 200 mg/kg
	06.04	杂粮粉及其制品	1 600 mg/kg~3 200 mg/kg
	06.05.02.03	藕粉	2 400 mg/kg~3 200 mg/kg
	06.06	即食谷物,包括碾轧燕麦(片)	2 000 mg/kg~7 000 mg/kg
	07.01	面包	1 600 mg/kg~3 200 mg/kg
	07.02.02	西式糕点	2 670 mg/kg~5 330 mg/kg
	07.03	饼干	2 670 mg/kg~5 330 mg/kg
07.05	其他焙烤食品	3 000 mg/kg~15 000 mg/kg	

表 A.1 (续)

营养强化剂	食品分类号	食品类别(名称)	使用量
钙	08.03.05	肉灌肠类	850 mg/kg~1 700 mg/kg
	08.03.07.01	肉松类	2 500 mg/kg~5 000 mg/kg
	08.03.07.02	肉干类	1 700 mg/kg~2 550 mg/kg
	10.03.01	脱水蛋制品	190 mg/kg~650 mg/kg
	12.03	醋	6 000 mg/kg~8 000 mg/kg
	14.0	饮料类(14.01、14.02 及 14.06 涉及品种除外)	160 mg/kg~1 350 mg/kg
	14.02.03	果蔬汁(肉)饮料(包括发酵型产品等)	1 000 mg/kg~1 800 mg/kg
	14.06	固体饮料类	2 500 mg/kg~10 000 mg/kg
	16.01	果冻	390 mg/kg~800 mg/kg
锌	01.01.03	调制乳	5 mg/kg~10 mg/kg
	01.03.02	调制乳粉(儿童用乳粉和孕产妇用乳粉除外)	30 mg/kg~60 mg/kg
		调制乳粉(仅限儿童用乳粉)	50 mg/kg~175 mg/kg
		调制乳粉(仅限孕产妇用乳粉)	30 mg/kg~140 mg/kg
	04.04.01.07	豆粉、豆浆粉	29 mg/kg~55.5 mg/kg
	06.02	大米及其制品	10 mg/kg~40 mg/kg
	06.03	小麦粉及其制品	10 mg/kg~40 mg/kg
	06.04	杂粮粉及其制品	10 mg/kg~40 mg/kg
	06.06	即食谷物,包括碾轧燕麦(片)	37.5 mg/kg~112.5 mg/kg
	07.01	面包	10 mg/kg~40 mg/kg
	07.02.02	西式糕点	45 mg/kg~80 mg/kg
	07.03	饼干	45 mg/kg~80 mg/kg
	14.0	饮料类(14.01 及 14.06 涉及品种除外)	3 mg/kg~20 mg/kg
	14.06	固体饮料类	60 mg/kg~180 mg/kg
16.01	果冻	10 mg/kg~20 mg/kg	
硒	01.03.02	调制乳粉(儿童用乳粉除外)	140 μg/kg~280 μg/kg
		调制乳粉(仅限儿童用乳粉)	60 μg/kg~130 μg/kg
	06.02	大米及其制品	140 μg/kg~280 μg/kg
	06.03	小麦粉及其制品	140 μg/kg~280 μg/kg
	06.04	杂粮粉及其制品	140 μg/kg~280 μg/kg
	07.01	面包	140 μg/kg~280 μg/kg
	07.03	饼干	30 μg/kg~110 μg/kg
	14.03.01	含乳饮料	50 μg/kg~200 μg/kg

表 A.1 (续)

营养强化剂	食品分类号	食品类别(名称)	使用量
镁	01.03.02	调制乳粉(儿童用乳粉和孕产妇用乳粉除外)	300 mg/kg~1 100 mg/kg
	01.03.02	调制乳粉(仅限儿童用乳粉)	300 mg/kg~2 800 mg/kg
		调制乳粉(仅限孕产妇用乳粉)	300 mg/kg~2 300 mg/kg
	14.0	饮料类(14.01 及 14.06 涉及品种除外)	30 mg/kg~60 mg/kg
14.06	固体饮料类	1 300 mg/kg~2 100 mg/kg	
铜	01.03.02	调制乳粉(儿童用乳粉和孕产妇用乳粉除外)	3 mg/kg~7.5 mg/kg
		调制乳粉(仅限儿童用乳粉)	2 mg/kg~12 mg/kg
		调制乳粉(仅限孕产妇用乳粉)	4 mg/kg~23 mg/kg
锰	01.03.02	调制乳粉(儿童用乳粉和孕产妇用乳粉除外)	0.3 mg/kg~4.3 mg/kg
		调制乳粉(仅限儿童用乳粉)	7 mg/kg~15 mg/kg
		调制乳粉(仅限孕产妇用乳粉)	11 mg/kg~26 mg/kg
钾	01.03.02	调制乳粉(仅限孕产妇用乳粉)	7 000 mg/kg~14 100 mg/kg
磷	04.04.01.07	豆粉、豆浆粉	1 600 mg/kg~3 700 mg/kg
	14.06	固体饮料类	1 960 mg/kg~7 040 mg/kg
其他			
L-赖氨酸	06.02	大米及其制品	1 g/kg~2 g/kg
	06.03	小麦粉及其制品	1 g/kg~2 g/kg
	06.04	杂粮粉及其制品	1 g/kg~2 g/kg
	07.01	面包	1 g/kg~2 g/kg
牛磺酸	01.03.02	调制乳粉	0.3 g/kg~0.5 g/kg
	04.04.01.07	豆粉、豆浆粉	0.3 g/kg~0.5 g/kg
	04.04.01.08	豆浆	0.06 g/kg~0.1 g/kg
	14.03.01	含乳饮料	0.1 g/kg~0.5 g/kg
	14.04.02.01	特殊用途饮料	0.1 g/kg~0.5 g/kg
	14.04.02.02	风味饮料	0.4 g/kg~0.6 g/kg
	14.06	固体饮料类	1.1 g/kg~1.4 g/kg
16.01	果冻	0.3 g/kg~0.5 g/kg	
左旋肉碱(L-肉碱)	01.03.02	调制乳粉(儿童用乳粉除外)	300 mg/kg~400 mg/kg
		调制乳粉(仅限儿童用乳粉)	50 mg/kg~150 mg/kg
	14.02.03	果蔬汁(肉)饮料(包括发酵型产品等)	600 mg/kg~3 000 mg/kg



表 A.1 (续)

营养强化剂	食品分类号	食品类别(名称)	使用量
左旋肉碱(L-肉碱)	14.03.01	含乳饮料	600 mg/kg~3 000 mg/kg
	14.04.02.01	特殊用途饮料(仅限运动饮料)	100 mg/kg~1 000 mg/kg
	14.04.02.02	风味饮料	600 mg/kg~3 000 mg/kg
	14.06	固体饮料类	6 000 mg/kg~30 000 mg/kg
$\gamma$ -亚麻酸	01.03.02	调制乳粉	20 g/kg~50 g/kg
	02.01.01.01	植物油	20 g/kg~50 g/kg
	14.0	饮料类(14.01, 14.06 涉及品种除外)	20 g/kg~50 g/kg
叶黄素	01.03.02	调制乳粉(仅限儿童用乳粉, 液体按稀释倍数折算)	1 620 $\mu$ g/kg~2 700 $\mu$ g/kg
低聚果糖	01.03.02	调制乳粉(仅限儿童用乳粉和孕产妇用乳粉)	$\leq$ 64.5 g/kg
1,3-二油酸 2-棕榈酸甘油三酯	01.03.02	调制乳粉(仅限儿童用乳粉, 液体按稀释倍数折算)	24 g/kg~96 g/kg
花生四烯酸(AA 或 ARA)	01.03.02	调制乳粉(仅限儿童用乳粉)	$\leq$ 1%(占总脂肪酸的百分比)
二十二碳六烯酸(DHA)	01.03.02	调制乳粉(仅限儿童用乳粉)	$\leq$ 0.5%(占总脂肪酸的百分比)
		调制乳粉(仅限孕产妇用乳粉)	300 mg/kg~1 000 mg/kg
乳铁蛋白	01.01.03	调制乳	$\leq$ 1.0 g/kg
	01.02.02	风味发酵乳	$\leq$ 1.0 g/kg
	14.03.01	含乳饮料	$\leq$ 1.0 g/kg
酪蛋白钙肽	06.0	粮食和粮食制品, 包括大米、面粉、杂粮、淀粉等(06.01 及 07.0 涉及品种除外)	$\leq$ 1.6 g/kg
	14.0	饮料类(14.01 涉及品种除外)	$\leq$ 1.6 g/kg(固体饮料按冲调倍数增加使用量)
酪蛋白磷酸肽	01.01.03	调制乳	$\leq$ 1.6 g/kg
	01.02.02	风味发酵乳	$\leq$ 1.6 g/kg
	06.0	粮食和粮食制品, 包括大米、面粉、杂粮、淀粉等(06.01 及 07.0 涉及品种除外)	$\leq$ 1.6 g/kg
	14.0	饮料类(14.01 涉及品种除外)	$\leq$ 1.6 g/kg(固体饮料按冲调倍数增加使用量)

<sup>a</sup> 在表 A.1 中使用范围以食品分类号和食品类别(名称)表示。

**附 录 B**  
**允许使用的营养强化剂化合物来源名单**

允许使用的营养强化剂化合物来源名单见表 B.1。

**表 B.1 允许使用的营养强化剂化合物来源名单**

营养强化剂	化合物来源
维生素 A	醋酸视黄酯(醋酸维生素 A) 棕榈酸视黄酯(棕榈酸维生素 A) 全反式视黄醇 $\beta$ -胡萝卜素
$\beta$ -胡萝卜素	$\beta$ -胡萝卜素
维生素 D	麦角钙化醇(维生素 D <sub>2</sub> ) 胆钙化醇(维生素 D <sub>3</sub> )
维生素 E	<i>d</i> - $\alpha$ -生育酚 <i>dl</i> - $\alpha$ -生育酚 <i>d</i> - $\alpha$ -醋酸生育酚 <i>dl</i> - $\alpha$ -醋酸生育酚 混合生育酚浓缩物 维生素 E 琥珀酸钙 <i>d</i> - $\alpha$ -琥珀酸生育酚 <i>dl</i> - $\alpha$ -琥珀酸生育酚
维生素 K	植物甲萘醌
维生素 B <sub>1</sub>	盐酸硫胺素 硝酸硫胺素
维生素 B <sub>2</sub>	核黄素 核黄素-5'-磷酸钠
维生素 B <sub>6</sub>	盐酸吡哆醇 5'-磷酸吡哆醛
维生素 B <sub>12</sub>	氰钴胺 盐酸氰钴胺 羟钴胺
维生素 C	<i>L</i> -抗坏血酸 <i>L</i> -抗坏血酸钙 维生素 C 磷酸酯镁 <i>L</i> -抗坏血酸钠 <i>L</i> -抗坏血酸钾 <i>L</i> -抗坏血酸-6-棕榈酸盐(抗坏血酸棕榈酸酯)
烟酸(尼克酸)	烟酸 烟酰胺
叶酸	叶酸(蝶酰谷氨酸)

表 B.1 (续)

营养强化剂	化合物来源
泛酸	D-泛酸钙 D-泛酸钠
生物素	D-生物素
胆碱	氯化胆碱 酒石酸氢胆碱
肌醇	肌醇(环己六醇)
铁	硫酸亚铁 葡萄糖酸亚铁 柠檬酸铁铵 富马酸亚铁 柠檬酸铁 乳酸亚铁 氯化高铁血红素 焦磷酸铁 铁卟啉 甘氨酸亚铁 还原铁 乙二胺四乙酸铁钠 羰基铁粉 碳酸亚铁 柠檬酸亚铁 延胡索酸亚铁 琥珀酸亚铁 血红素铁 电解铁
钙	碳酸钙 葡萄糖酸钙 柠檬酸钙 乳酸钙 L-乳酸钙 磷酸氢钙 L-苏糖酸钙 甘氨酸钙 天门冬氨酸钙 柠檬酸苹果酸钙 醋酸盐(乙酸盐) 氯化钙 磷酸三钙(磷酸钙) 维生素 E 琥珀酸钙 甘油磷酸钙 氧化钙 硫酸钙 骨粉(超细鲜骨粉)

表 B.1 (续)

营养强化剂	化合物来源
锌	硫酸锌 葡萄糖酸锌 甘氨酸锌 氧化锌 乳酸锌 柠檬酸锌 氯化锌 乙酸锌 碳酸锌
硒	亚硒酸钠 硒酸钠 硒蛋白 富硒食用菌粉 L-硒-甲基硒代半胱氨酸 硒化卡拉胶(仅限用于 14.03.01 含乳饮料) 富硒酵母(仅限用于 14.03.01 含乳饮料)
镁	硫酸镁 氯化镁 氧化镁 碳酸镁 磷酸氢镁 葡萄糖酸镁
铜	硫酸铜 葡萄糖酸铜 柠檬酸铜 碳酸铜
锰	硫酸锰 氯化锰 碳酸锰 柠檬酸锰 葡萄糖酸锰
钾	葡萄糖酸钾 柠檬酸钾 磷酸二氢钾 磷酸氢二钾 氯化钾
磷	磷酸三钙(磷酸钙) 磷酸氢钙
L-赖氨酸	L-盐酸赖氨酸 L-赖氨酸天门冬氨酸盐
牛磺酸	牛磺酸(氨基乙基磺酸)

表 B.1 (续)

营养强化剂	化合物来源
左旋肉碱(L-肉碱)	左旋肉碱(L-肉碱) 左旋肉碱酒石酸盐(L-肉碱酒石酸盐)
$\gamma$ -亚麻酸	$\gamma$ -亚麻酸
叶黄素	叶黄素(万寿菊来源)
低聚果糖	低聚果糖(菊苣来源)
1,3-二油酸 2-棕榈酸甘油三酯	1,3-二油酸 2-棕榈酸甘油三酯
花生四烯酸(AA 或 ARA)	花生四烯酸油脂,来源:高山被孢霉( <i>Mortierella alpina</i> )
二十二碳六烯酸(DHA)	二十二碳六烯酸油脂,来源:裂壶藻( <i>Schizochytrium</i> sp.)、吾肯氏壶藻( <i>Ulkenia amoeboida</i> )、寇氏隐甲藻( <i>Cryptecodinium cohnii</i> );金枪鱼油(Tuna oil)
乳铁蛋白	乳铁蛋白
酪蛋白钙肽	酪蛋白钙肽
酪蛋白磷酸肽	酪蛋白磷酸肽

## 附录 C

## 允许用于特殊膳食用食品的营养强化剂及化合物来源

C.1 表 C.1 规定了允许用于特殊膳食用食品的营养强化剂及化合物来源。

C.2 表 C.2 规定了仅允许用于部分特殊膳食用食品的其他营养成分及使用量。

表 C.1 允许用于特殊膳食用食品的营养强化剂及化合物来源

营养强化剂	化合物来源
维生素 A	醋酸视黄酯(醋酸维生素 A) 棕榈酸视黄酯(棕榈酸维生素 A) $\beta$ -胡萝卜素 全反式视黄醇
维生素 D	麦角钙化醇(维生素 D <sub>2</sub> ) 胆钙化醇(维生素 D <sub>3</sub> )
维生素 E	<i>d</i> - $\alpha$ -生育酚 <i>dl</i> - $\alpha$ -生育酚 <i>d</i> - $\alpha$ -醋酸生育酚 <i>dl</i> - $\alpha$ -醋酸生育酚 混合生育酚浓缩物 <i>d</i> - $\alpha$ -琥珀酸生育酚 <i>dl</i> - $\alpha$ -琥珀酸生育酚
维生素 K	植物甲萘醌
维生素 B <sub>1</sub>	盐酸硫胺素 硝酸硫胺素
维生素 B <sub>2</sub>	核黄素 核黄素-5'-磷酸钠
维生素 B <sub>6</sub>	盐酸吡哆醇 5'-磷酸吡哆醛
维生素 B <sub>12</sub>	氰钴胺 盐酸氰钴胺 羟钴胺
维生素 C	<i>L</i> -抗坏血酸 <i>L</i> -抗坏血酸钠 <i>L</i> -抗坏血酸钙 <i>L</i> -抗坏血酸钾 抗坏血酸-6-棕榈酸盐(抗坏血酸棕榈酸酯)
烟酸(尼克酸)	烟酸 烟酰胺
叶酸	叶酸(蝶酰谷氨酸)
泛酸	<i>D</i> -泛酸钙 <i>D</i> -泛酸钠

表 C.1 (续)

营养强化剂	化合物来源
生物素	D-生物素
胆碱	氯化胆碱 酒石酸氢胆碱
肌醇	肌醇(环己六醇)
钠	碳酸氢钠 磷酸二氢钠 柠檬酸钠 氯化钠 磷酸氢二钠
钾	葡萄糖酸钾 柠檬酸钾 磷酸二氢钾 磷酸氢二钾 氯化钾
铜	硫酸铜 葡萄糖酸铜 柠檬酸铜 碳酸铜
镁	硫酸镁 氯化镁 氧化镁 碳酸镁 磷酸氢镁 葡萄糖酸镁
铁	硫酸亚铁 葡萄糖酸亚铁 柠檬酸铁铵 富马酸亚铁 柠檬酸铁 焦磷酸铁 乙二胺四乙酸铁钠(仅限用于辅食营养补充品)
锌	硫酸锌 葡萄糖酸锌 氧化锌 乳酸锌 柠檬酸锌 氯化锌 乙酸锌

表 C.1 (续)

营养强化剂	化合物来源
锰	硫酸锰 氯化锰 碳酸锰 柠檬酸锰 葡萄糖酸锰
钙	碳酸钙 葡萄糖酸钙 柠檬酸钙 L-乳酸钙 磷酸氢钙 氯化钙 磷酸三钙(磷酸钙) 甘油磷酸钙 氧化钙 硫酸钙
磷	磷酸三钙(磷酸钙) 磷酸氢钙
碘	碘酸钾 碘化钾 碘化钠
硒	硒酸钠 亚硒酸钠
铬	硫酸铬 氯化铬
钼	钼酸钠 钼酸铵
牛磺酸	牛磺酸(氨基乙基磺酸)
L-蛋氨酸(L-甲硫氨酸)	非动物源性
L-酪氨酸	非动物源性
L-色氨酸	非动物源性
左旋肉碱(L-肉碱)	左旋肉碱(L-肉碱) 左旋肉碱酒石酸盐(L-肉碱酒石酸盐)
二十二碳六烯酸(DHA)	二十二碳六烯酸油脂,来源:裂壶藻( <i>Schizochytrium</i> sp)、吾肯氏壶藻( <i>Ulkenia amoeboida</i> )、寇氏隐甲藻( <i>Cryptocodinium cohnii</i> );金枪鱼油(Tuna oil)
花生四烯酸(AA 或 ARA)	花生四烯酸油脂,来源:高山被孢霉( <i>Mortierella alpina</i> )



表 C.2 仅允许用于部分特殊膳食用食品的其他营养成分及使用量

营养强化剂	食品分类号	食品类别(名称)	使用量 <sup>a</sup>
低聚半乳糖(乳糖来源)	13.01 13.02.01	婴幼儿配方食品 婴幼儿谷类辅助食品	单独或混合使用,该类物质总量不超过 64.5 g/kg
低聚果糖(菊苣来源)			
多聚果糖(菊苣来源)			
棉子糖(甜菜来源)			
聚葡萄糖	13.01	婴幼儿配方食品	15.6 g/kg~31.25 g/kg
1,3-二油酸 2-棕榈酸甘油三酯	13.01.01	婴儿配方食品	32 g/kg~96 g/kg
	13.01.02	较大婴儿和幼儿配方食品	24 g/kg~96 g/kg
	13.01.03	特殊医学用途婴儿配方食品	32 g/kg~96 g/kg
叶黄素(万寿菊来源)	13.01.01	婴儿配方食品	300 μg/kg~2 000 μg/kg
	13.01.02	较大婴儿和幼儿配方食品	1 620 μg/kg~4 230 μg/kg
	13.01.03	特殊医学用途婴儿配方食品	300 μg/kg~2 000 μg/kg
二十二碳六烯酸(DHA)	13.02.01	婴幼儿谷类辅助食品	≤1 150 mg/kg
花生四烯酸(AA 或 ARA)	13.02.01	婴幼儿谷类辅助食品	≤2 300 mg/kg
核苷酸 来源包括以下化合物: 5'单磷酸胞苷(5'-CMP)、 5'单磷酸尿苷(5'-UMP)、 5'单磷酸腺苷(5'-AMP)、 5'-肌苷酸二钠、5'-鸟苷酸二钠、 5'-尿苷酸二钠、5'-胞苷酸二钠	13.01	婴幼儿配方食品	0.12 g/kg~0.58 g/kg(以核苷酸总量计)
乳铁蛋白	13.01	婴幼儿配方食品	≤1.0 g/kg
酪蛋白钙肽	13.01	婴幼儿配方食品	≤3.0 g/kg
	13.02	婴幼儿辅助食品	≤3.0 g/kg
酪蛋白磷酸肽	13.01	婴幼儿配方食品	≤3.0 g/kg
	13.02	婴幼儿辅助食品	≤3.0 g/kg

<sup>a</sup> 使用量仅限于粉状产品,在液态产品中使用需按相应的稀释倍数折算。

**附 录 D**  
**食品类别(名称)说明**

食品类别(名称)说明见表 D.1。

**表 D.1 食品类别(名称)说明**

食品分类号	食品类别(名称)
01.0	乳及乳制品(13.0 特殊膳食用食品涉及品种除外)
01.01	巴氏杀菌乳、灭菌乳和调制乳
01.01.01	巴氏杀菌乳
01.01.02	灭菌乳
01.01.03	调制乳
01.02	发酵乳和风味发酵乳
01.02.01	发酵乳
01.02.02	风味发酵乳
01.03	乳粉其调制产品
01.03.01	乳粉
01.03.02	调制乳粉
01.04	炼乳及其调制产品
01.04.01	淡炼乳
01.04.02	调制炼乳
01.05	稀奶油(淡奶油)及其类似品
01.06	干酪和再制干酪
01.07	以乳为主要配料的即食风味甜点或其预制产品(不包括冰淇淋和调味酸奶)
01.08	其他乳制品(如乳清粉、酪蛋白粉等)
02.0	脂肪,油和乳化脂肪制品
02.01	基本不含水的脂肪和油
02.01.01	植物油脂
02.01.01.01	植物油
02.01.01.02	氢化植物油
02.01.02	动物油脂(包括猪油、牛油、鱼油和其他动物脂肪等)
02.01.03	无水黄油,无水乳脂
02.02	水油状脂肪乳化制品
02.02.01	脂肪含量 80%以上的乳化制品
02.02.01.01	黄油和浓缩黄油
02.02.01.02	人造黄油及其类似制品(如黄油和人造黄油混合品)
02.02.02	脂肪含量 80%以下的乳化制品
02.03	02.02 类以外的脂肪乳化制品,包括混合的和(或)调味的脂肪乳化制品
02.04	脂肪类甜品
02.05	其他油脂或油脂制品
03.0	冷冻饮品
03.01	冰淇淋类、雪糕类
03.02	—

表 D.1 (续)

食品分类号	食品类别(名称)
03.03	风味冰、冰棍类
03.04	食用冰
03.05	其他冷冻饮品
04.0	水果、蔬菜(包括块根类)、豆类、食用菌、藻类、坚果以及籽类等
04.01	水果
04.01.01	新鲜水果
04.01.02	加工水果
04.01.02.01	水果罐头
04.01.02.02	果泥
04.02	蔬菜
04.02.01	新鲜蔬菜
04.02.02	加工蔬菜
04.03	食用菌和藻类
04.03.01	新鲜食用菌和藻类
04.03.02	加工食用菌和藻类
04.04	豆类制品
04.04.01	非发酵豆制品
04.04.01.01	豆腐类
04.04.01.02	豆干类
04.04.01.03	豆干再制品
04.04.01.04	腐竹类(包括腐竹、油皮等)
04.04.01.05	新型豆制品(大豆蛋白膨化食品、大豆素肉等)
04.04.01.06	熟制豆类
04.04.01.07	豆粉、豆浆粉
04.04.01.08	豆浆
04.04.02	发酵豆制品
04.04.02.01	腐乳类
04.04.02.02	豆豉及其制品(包括纳豆)
04.04.03	其他豆制品
04.05	坚果和籽类
04.05.01	新鲜坚果与籽类
04.05.02	加工坚果与籽类
05.0	可可制品、巧克力和巧克力制品(包括代可可脂巧克力及制品)以及糖果
05.01	可可制品、巧克力和巧克力制品,包括代可可脂巧克力及制品
05.01.01	可可制品(包括以可可为主要原料的脂、粉、浆、酱、馅等)
05.01.02	巧克力和巧克力制品(05.01.01 涉及品种除外)
05.01.03	代可可脂巧克力及使用可可代用品的巧克力类似产品
05.02	糖果
05.02.01	胶基糖果
05.02.02	除胶基糖果以外的其他糖果
05.03	糖果和巧克力制品包衣

表 D.1 (续)

食品分类号	食品类别(名称)
05.04	装饰糖果(如,工艺造型,或用于蛋糕装饰)、顶饰(非水果材料)和甜汁
06.0	粮食和粮食制品,包括大米、面粉、杂粮、淀粉等(07.0 焙烤食品涉及品种除外)
06.01	原粮
06.02	大米及其制品
06.02.01	大米
06.02.02	大米制品
06.02.03	米粉(包括汤圆粉等)
06.02.04	米粉制品
06.03	小麦粉及其制品
06.03.01	小麦粉
06.03.02	小麦粉制品
06.04	杂粮粉及其制品
06.04.01	杂粮粉
06.04.02	杂粮制品
06.04.02.01	八宝粥罐头
06.04.02.02	其他杂粮制品
06.05	淀粉及淀粉类制品
06.05.01	食用淀粉
06.05.02	淀粉制品
06.05.02.01	粉丝、粉条
06.05.02.02	虾味片
06.05.02.03	藕粉
06.05.02.04	粉圆
06.06	即食谷物,包括碾轧燕麦(片)
06.07	方便米面制品
06.08	冷冻米面制品
06.09	谷类和淀粉类甜品(如米布丁、木薯布丁)
06.10	粮食制品馅料
07.0	焙烤食品
07.01	面包
07.02	糕点
07.02.01	中式糕点(月饼除外)
07.02.02	西式糕点
07.02.03	月饼
07.02.04	糕点上彩装
07.03	饼干
07.03.01	夹心及装饰类饼干
07.03.02	威化饼干
07.03.03	蛋卷
07.03.04	其他饼干
07.04	焙烤食品馅料及表面用挂浆

表 D.1 (续)

食品分类号	食品类别(名称)
07.05	其他焙烤食品
08.0	肉及肉制品
08.01	生、鲜肉
08.02	预制肉制品
08.03	熟肉制品
08.03.01	酱卤肉制品类
08.03.02	熏、烧、烤肉类
08.03.03	油炸肉类
08.03.04	西式火腿(熏烤、烟熏、蒸煮火腿)类
08.03.05	肉灌肠类
08.03.06	发酵肉制品类
08.03.07	熟肉干制品
08.03.07.01	肉松类
08.03.07.02	肉干类
08.03.07.03	肉脯类
08.03.08	肉罐头类
08.03.09	可食用动物肠衣类
08.03.10	其他肉及肉制品
09.0	水产及其制品(包括鱼类、甲壳类、贝类、软体类、棘皮类等水产及其加工制品等)
09.01	鲜水产
09.02	冷浆水产品及其制品
09.03	预制水产品(半成品)
09.04	熟制水产品(可直接食用)
09.05	水产品罐头
09.06	其他水产品及其制品
10.0	蛋及蛋制品
10.01	鲜蛋
10.02	再制蛋(不改变物理性状)
10.03	蛋制品(改变其物理性状)
10.03.01	脱水蛋制品(如蛋白粉、蛋黄粉、蛋白片)
10.03.02	热凝固蛋制品(如蛋黄酪、松花蛋肠)
10.03.03	冷冻蛋制品(如冰蛋)
10.03.04	液体蛋
10.04	其他蛋制品
11.0	甜味料,包括蜂蜜
11.01	食糖
11.01.01	白糖及白糖制品(如白砂糖、绵白糖、冰糖、方糖等)
11.01.02	其他糖和糖浆(如红糖、赤砂糖、枫树糖浆)
11.02	淀粉糖(果糖、葡萄糖、饴糖、部分转化糖等)
11.03	蜂蜜及花粉
11.04	餐桌甜味料

表 D.1 (续)

食品分类号	食品类别(名称)
11.05	调味糖浆
11.06	其他甜味料
12.0	调味品
12.01	盐及代盐制品
12.02	鲜味剂和助鲜剂
12.03	醋
12.04	酱油
12.05	酱及酱制品
12.06	—
12.07	料酒及制品
12.08	—
12.09	香辛料类
12.10	复合调味料
12.10.01	固体复合调味料
12.10.02	半固体复合调味料
12.10.03	液体复合调味料(12.03,12.04 中涉及品种除外)
12.11	其他调味料
13.0	特殊膳食用食品
13.01	婴幼儿配方食品
13.01.01	婴儿配方食品
13.01.02	较大婴儿和幼儿配方食品
13.01.03	特殊医学用途婴儿配方食品
13.02	婴幼儿辅助食品
13.02.01	婴幼儿谷类辅助食品
13.02.02	婴幼儿罐装辅助食品
13.03	特殊医学用途配方食品(13.01 中涉及品种除外)
13.04	低能量配方食品
13.05	除 13.01~13.04 外的其他特殊膳食用食品
14.0	饮料类
14.01	包装饮用水类
14.02	果蔬汁类
14.02.01	果蔬汁(浆)
14.02.02	浓缩果蔬汁(浆)
14.02.03	果蔬汁(肉)饮料(包括发酵型产品等)
14.03	蛋白饮料类
14.03.01	含乳饮料
14.03.02	植物蛋白饮料
14.03.03	复合蛋白饮料
14.04	水基调味饮料类
14.04.01	碳酸饮料
14.04.02	非碳酸饮料

表 D.1 (续)

食品分类号	食品类别(名称)
14.04.02.01	特殊用途饮料(包括运动饮料、营养素饮料等)
14.04.02.02	风味饮料(包括果味、乳味、茶味、咖啡味及其他味饮料等)
14.05	茶、咖啡、植物饮料类
14.05.01	茶饮料类
14.05.02	咖啡饮料类
14.05.03	植物饮料类(包括可可饮料、谷物饮料等)
14.06	固体饮料类
14.06.01	果香型固体饮料
14.06.02	蛋白型固体饮料
14.06.03	速溶咖啡
14.06.04	其他固体饮料
14.07	—
14.08	其他饮料类
15.0	酒类
15.01	蒸馏酒
15.02	配制酒
15.03	发酵酒
16.0	其他类(01.0~15.0中涉及品种除外)
16.01	果冻
16.02	茶叶、咖啡
16.03	胶原蛋白肠衣
16.04	酵母及酵母类制品
16.05	—
16.06	膨化食品
16.07	其他



# 食品安全标准与监测评估司

主站首页 | 首页 | 最新信息 | 政策文件 | 工作动态 | 关于我们 | 图片集锦 | 专题专栏

通知公告

您现在所在位置： 首页 > 最新信息 > 标准处 > 通知公告

## 关于批准焦磷酸一氢三钠等5种食品添加剂新品种的公告（2012年 第15号）

发布时间：2012-08-27 来源：



### 2012年 第15号

根据《中华人民共和国食品安全法》和《食品添加剂新品种管理办法》的规定，经审核，现批准焦磷酸一氢三钠等5种食品添加剂新品种，批准乳酸钙等13种食品添加剂、白油（液体石蜡）等5种食品用加工助剂和铁等8种食品营养强化剂扩大使用范围及用量，增补已批准食品添加剂葡萄糖酸-δ-内酯的质量规格要求，增补食品用酶制剂蛋白酶的原料来源。

特此公告。

附件: 1. 焦磷酸一氢三钠等5种食品添加剂新品种

2. 乳酸钙等13种扩大使用范围及用量的食品添加剂
3. 白油（液体石蜡）等5种扩大使用范围及用量的食品用加工助剂
4. 铁等8种扩大使用范围及用量的食品营养强化剂
5. 增补食品添加剂葡萄糖酸-δ-内酯的质量规格要求
6. 增补食品用酶制剂蛋白酶的原料来源

添加剂公告--2012年第15号--附件.pdf

卫生部  
2012年8月17日

分享到

委机关

地方部门

直属和联系单位



联系方式 | 网站地图

地址：北京市西城区西直门外南路1号 邮编：100044 电话：010-68792114

中华人民共和国国家卫生健康委员会 版权所有，不得非法镜像。 ICP备案编号：京ICP备11020874

技术支持：国家卫生健康委员会统计信息中心





## 附件 1

# 焦磷酸一氢三钠等 5 种食品添加剂新品种

### 一、焦磷酸一氢三钠

英文名称：Trisodium monohydrogen diphosphate

功能：水分保持剂

#### (一) 使用范围和使用量

食品分类号	食品名称	使用量 (g/Kg)	备注
08.02	预制肉制品	5.0	可单独或混合使用，最大使用量以磷酸根 ( $\text{PO}_4^{3-}$ ) 计
08.03	熟肉制品		
09.02.01	冷冻制品		
09.02.03	冷冻鱼糜制品 (包括鱼丸等)		

#### (二) 质量规格要求

##### 1. 生产工艺

以焦磷酸二氢二钠和氢氧化钠为原料反应后制得焦磷酸一氢三钠。

##### 2. 技术要求

###### 2.1 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	取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘上，观察其色泽和状态
状态	粉末或结晶	

###### 2.2 技术要求：应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项 目	指 标		检验方法
	无水型 ( $\text{Na}_3\text{HP}_2\text{O}_7$ )	一水型 ( $\text{Na}_3\text{HP}_2\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ )	
焦磷酸一氢三钠含量, w/%	≤ 96.0	96.0	附录 A 中 A.4
总磷酸盐 (以 $\text{P}_2\text{O}_5$ 计), w/%	≤ 57.0~59.0	53.0~55.0	GB/T 23843-2009
干燥减量, w/%	≤ 0.5	1.0	附录 A 中 A.11
灼烧减量, w/%	≤ 4.5	11.5	附录 A 中 A.12
正磷酸盐	通过试验		附录 A 中 A.5
pH (10g/L 溶液)	6.7~7.5		附录 A 中 A.6
水不溶物, w/%	≤ 0.2		附录 A 中 A.7
砷 (以As计) / (mg/kg)	≤ 3		附录 A 中 A.8
重金属 (以Pb 计) / (mg/kg)	≤ 10		附录 A 中 A.9
铅 (Pb) / (mg/kg)	≤ 4		GB/T 5009.75
氟化物 (以F计) / (mg/kg)	≤ 10		附录 A 中 A.10

## 附录 A 检验方法

### A.1 安全警示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作时须小心谨慎！必要时，需在通风橱中进行。如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。

### A.2 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—2008规定的三级水。试验中所需标准溶液、杂质标准液、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。所用溶液在未指明溶剂时，均指水溶液。

### A.3 鉴别试验

#### A.3.1 试剂和材料

##### A.3.1.1 盐酸。

##### A.3.1.2 硝酸溶液：1+1。

##### A.3.1.3 喹钼柠酮溶液。

#### A.3.2 分析步骤

##### A.3.2.1 钠离子鉴别

称取1g 试样，加20 mL 水溶解，用铂丝环蘸盐酸润湿后，在火焰上燃烧至无色。再蘸取试液在火焰上燃烧，火焰应呈亮黄色。

##### A.3.2.2 焦磷酸根离子鉴别

将 0.1g 试样溶于 100mL 硝酸溶液中。向 30mL 喹钼柠酮溶液中滴入 0.5mL 试样溶液，不产生黄色沉淀；另取 0.5mL 此溶液于 95℃ 水浴中加热 10min，滴入 30mL 喹钼柠酮溶液，立即形成黄色沉淀。

### A.4 焦磷酸一氢三钠含量的测定

#### A.4.1 方法提要

焦磷酸一氢三钠与盐酸反应生成焦磷酸二氢二钠，向溶液中加入硫酸锌，定量生成焦磷酸锌沉淀和硫酸，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定生成的硫酸，再根据氢氧化钠标准滴定溶液的消耗量计算出焦磷酸一氢三钠的含量。

#### A.4.2 试剂和材料

##### A.4.2.1 盐酸溶液：1+20。

##### A.4.2.2 硫酸锌溶液：125 g/L；

将 125 g 硫酸锌（ $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ ）溶解于水，用水稀释至1 L，在 pH计上，根据显示的pH，用硫酸溶液（1+500）或氢氧化钠溶液（6 g/L）将pH调至 3.8。

##### A.4.2.3 无水焦磷酸钠；

##### A.4.2.3.1 以工业无水焦磷酸钠为原料的制备方法：

第一次结晶：称取 30 g 工业无水焦磷酸钠，置于 400 mL 烧杯中，加 100 mL 水，加热溶解，用中速定量滤纸过滤。将滤液在冷水浴中冷却，析出结晶，倾出溶液，用少量水洗涤结晶两次。

第二次结晶：将第一次结晶用少量水加热溶解，在冷水浴中冷却，析出结晶，倾出溶液。

第三次结晶：将第二次结晶按第二次结晶方法再结晶一次。

#### A. 4. 2. 3. 2 以试剂十水合焦磷酸钠为原料的制备方法：

称取 80 g 试剂十水合焦磷酸钠，按 A.4.2.3.1 项中第一次和第二次结晶方法操作。

将上述方法重结晶的焦磷酸钠置于瓷坩埚中，于 400℃ 下灼烧至质量恒定。

#### A. 4. 2. 4 氢氧化钠标准滴定溶液：c(NaOH) = 0.1 mol/L；

称取约 0.5 g 无水焦磷酸钠 (A.4.2.3)，精确至 0.000 2 g，置于 250 mL 烧杯中，加 90 mL 水溶解，在搅拌下加入盐酸溶液调至溶液 pH 为 3.8。加入 50 mL 硫酸锌溶液，搅拌 5 min，在搅拌下用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液的 pH 接近 3.6 停止滴定，搅拌 2 min 使溶液达到平衡，继续滴定至 pH 为 3.8，此时每加一滴后要搅拌 30 s。

每毫升 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液相当于焦磷酸钠的质量 ( $\rho$ ) 以克每毫升 (g/mL) 表示，按公式 (A.1) 计算：

$$\rho = \frac{m_1}{V_1} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

$m_1$ ——无水焦磷酸钠的质量的数值，单位为克 (g) ；

$V_1$ ——在标定中消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL) 。

#### A. 4. 3 仪器和设备

##### A. 4. 3. 1 电位滴定仪或 pH 计：分度值不大于 0.02mV。

##### A. 4. 3. 2 电磁搅拌器。

#### A. 4. 4 分析步骤

称取约 5 g 试样，精确至 0.000 2 g，将试样溶于水，转移至 500 mL 容量瓶中，稀释至刻度并摇匀，必要时过滤。

用移液管移取 50 mL 试验溶液置于 250 mL 烧杯中，加 40 mL 水，在搅拌下慢慢加入盐酸溶液调至溶液 pH 为 3.8，然后按 A.4.2.4 中所述步骤，从“加入 50 mL 硫酸锌溶液……”开始进行测定。

#### A. 4. 5 结果计算

无水焦磷酸一氢三钠含量以焦磷酸一氢三钠 ( $\text{Na}_3\text{HP}_2\text{O}_7$ ) 的质量分数  $w_1$  计，按公式 (A.2) 计算：

$$w_1 = \frac{\rho V_2 \times 0.917}{m \times (50/500)} \times 100\% \dots\dots\dots (A.2)$$

一水合焦磷酸一氢三钠含量以一水合焦磷酸一氢三钠 ( $\text{Na}_3\text{HP}_2\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) 的质量分数  $w_2$  计，按公式 (A.3) 计算：

$$w_2 = \frac{\rho V_2 \times 0.985}{m \times (50/500)} \times 100\% \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

$\rho$ ——每毫升氢氧化钠标准滴定溶液相当于无水焦磷酸钠的质量，单位为克每毫升 (g/mL) ；

$V_2$ ——滴定试验溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL) ；

$m$ ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

0.917——将无水焦磷酸钠换算为无水焦磷酸一氢三钠的系数；

0.985——将无水焦磷酸钠换算为一水合焦磷酸一氢三钠的系数；

50/500——换算因子。

取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%。

## A. 5 正磷酸盐的测定

### A. 5.1 试剂和材料

硝酸银溶液：17 g/L。

### A. 5.2 分析步骤

称取1.0g 研成粉末的试样，加2滴~3滴硝酸银溶液，不得产生明显的黄色。

## A. 6 pH 值的测定

### A. 6.1 仪器和设备

pH 计：分度值为0.02。

### A. 6.2 分析步骤

称取1.0g±0.01g 试样，置于150mL 烧杯中，加100mL 水溶解，用已校正过的pH 计进行测定。

## A. 7 水不溶物的测定

### A. 7.1 仪器和设备

A. 7.1.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径 5 μm-15 μm。

A. 7.1.2 电烘箱：控制温度 105℃±2℃。

### A. 7.2 分析步骤

称取20g样品，精确至0.01g，置于400ml烧杯中，加200mL水并加热溶解，趁热用已于105℃±2℃下干燥至恒重的玻璃砂坩埚过滤，用热水洗涤10次（每次用水20mL），在105℃±2℃下干燥至恒重。

### A.7.3 结果计算

水不溶物的质量分数  $w_3$ ，按公式（A.4）计算：

$$w_3 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.4)$$

式中：

$m_0$ ——玻璃砂坩埚质量的数值，单位为克(g)；

$m_1$ ——水不溶物及玻璃砂坩埚质量的数值，单位为克(g)；

$m$ ——试料质量的数值，单位为克(g)。

取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%。

## A. 8 砷（以 As 计）的测定

### A. 8.1 试剂和材料

同GB/T 5009.76—2003第3章或第9章。

### A. 8.2 仪器和设备

同GB/T 5009.76—2003第4章或第10章

### A. 8.3 分析步骤

称取1.00g±0.01g 试样，置于锥形瓶中，用水润湿，用盐酸中和至中性（用pH 试纸检验），再过量5mL，摇匀。用移液管移取3mL 砷标准溶液[1mL 溶液含砷（As）1.0μg]作为

标准,置于另一只锥形瓶中。各加入5mL 盐酸溶液(1+3)。然后按照GB/T 5009.76—2003 中 6.2 或第11 章进行测定。

二乙氨基二硫代甲酸银比色法为仲裁法。

## A. 9 重金属(以 Pb 计)的测定

### A. 9.1 试剂和材料

同GB/T 5009.74第3章。

### A. 9.2 仪器和设备

同GB/T 5009.74第4章

### A. 9.3 分析步骤

称取(1.00±0.01)g试样,置于250mL烧杯中,加20mL水和1mL盐酸煮沸15min,冷却至室温,全部移入50mL比色管中,备用。

标准比色溶液的配制:于250mL烧杯中,加20mL水和1mL盐酸煮沸15min,冷却至室温,全部移入50mL比色管中,用移液管移取1mL铅标准溶液(1mL 溶液含铅(Pb) 0.010mg),备用。

然后按GB/T 5009.74中第6章的规定进行操作。

## A. 10 氟化物(以 F 计)的测定

### A. 10.1 试剂和材料

同GB/T 5009.18—2003 第11 章。

### A. 10.2 仪器和设备

同GB/T 5009.18—2003 第12 章。

### A. 10.3 分析步骤

A. 10.3.1 称取约 1g 试样,精确至 0.0002g,置于 50mL 烧杯中,加少量水,再加 10 mL 盐酸溶液,煮沸 1min,快速冷却后,将其转移至 50 mL 容量瓶中,加 25 mL 总离子强度缓冲剂,加水至刻度,摇匀,备用。

A. 10.3.2 分别移取 0、1.0、2.0、5.0、10.0mL 氟化物标准溶液,置于 50 mL 容量瓶中,加 10mL 盐酸溶液和 25 mL 总离子强度缓冲剂,加水至刻度,摇匀,备用。

A. 10.3.3 将氟电极和甘汞电极与测量仪器的负端、正端联接。电极插入盛有水的塑料烧杯中,杯中放有磁性搅拌子,在电磁搅拌器上以恒速搅拌,读取平衡电位值,更换 2 次~3 次水后,直至达到电极说明书中规定的电位值后,即可进行试样溶液和标准溶液的电位测定。

A. 10.3.4 由低至高浓度分别测定氟标准工作溶液的平衡电位。以电极电位为纵坐标,氟的质量(mg)为横坐标,在半对数坐标上绘制工作曲线。

a) 同法测定试验溶液的平衡电位,从工作曲线上查出试样中氟的质量。

### A. 10.4 结果计算

氟化物含量以氟(F)的质量分数 $w_4$ 计,数值以mg/kg 表示,按公式(A.5)计算:

$$w_4 = \frac{m_1}{m \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (A.5)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查出的试验溶液中氟的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取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 1mg/kg。

## A. 11 干燥减量的测定

### A. 11.1 仪器和设备

A. 11. 1. 1 电热恒温干燥箱：控制温度 105 °C ± 2 °C。

A. 11. 1. 2 瓷坩埚。

A. 11. 2 分析步骤

称取约5 g试样，精确至0.01 g，置于在105 °C ± 2 °C下质量恒定的瓷坩埚中，于105 °C ± 2 °C下烘4 h，于干燥器中冷却至室温，称量。

A. 11. 3 结果计算

干燥减量以质量分数w<sub>5</sub>计，按公式（A.6）计算：

$$w_5 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.6)$$

式中：

m<sub>1</sub>——干燥后试样和瓷坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m<sub>0</sub>——瓷坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m——试样质量的数值，单位为克（g）。

取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分别为：无水焦磷酸一氢三钠不大于0.05%；一水合焦磷酸一氢三钠不大于0.2%。

A. 12 灼烧减量的测定

A. 12. 1 仪器和设备

A. 12. 1. 1 电热恒温干燥箱：控制温度 110 °C ± 2 °C。

A. 12. 1. 2 高温炉：能控制温度 800 °C ± 25 °C。

A. 12. 1. 3 瓷坩埚。

A. 12. 2 分析步骤

称取约5 g试样，精确至0.01 g，置于在800 °C ± 25 °C下质量恒定的瓷坩埚中，于110 °C ± 2 °C下烘4 h，再移入800 °C ± 25 °C的高温炉中灼烧30 min，于干燥器中冷却至室温，称量。

A. 12. 3 结果计算

灼烧减量以质量分数w<sub>6</sub>计，按公式（A.7）计算：

$$w_6 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.7)$$

式中：

m<sub>1</sub>——灼烧后试样和瓷坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m<sub>0</sub>——瓷坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m——试样质量的数值，单位为克（g）。

取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分别为：无水焦磷酸一氢三钠不大于0.05%；一水合焦磷酸一氢三钠不大于0.2%。

二、氧化亚氮

英文名称：Nitrous oxide

功能：食品用加工助剂

（一）使用范围和使用量

食品分类号	食品名称/分类	最大使用量
02.02	水油状脂肪乳化制品（仅限植脂乳）	按生产需要适量使用
02.03	02.02类以外的脂肪乳化制品，包括混合的和/或调味的脂肪乳化制品（仅限植脂奶油）	按生产需要适量使用

（二）质量规格要求

## 1. 生产工艺

以硝酸铵为原料，经化学分解得到的食品添加剂氧化亚氮。

## 2. 技术要求

2.1 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	无色	用透明取样瓶取样后，观察色泽
状态	气态，高压下为液态	

2.2 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	
氧化亚氮含量, w/%	≥	99.0	附录 A中A. 4
水分(g/m <sup>3</sup> )	≤	0.15	附录 A中A. 5
一氧化碳/(mg/kg)	≤	10	附录 A中A. 6
二氧化碳/(mg/kg)	≤	300	附录 A中A. 6
卤素/(mg/kg)	≤	1	附录 A中A. 7
氨/(mg/kg)	≤	25	附录 A中A. 8
空气(氮气及氧气 (78%N <sub>2</sub> , 22%O <sub>2</sub> ), w/%	<	1	附录 A中A. 6
一氧化氮/(mg/kg)	≤	1	附录 A中A. 9
二氧化氮/(mg/kg)	≤	3	附录 A中A. 9

## 附录 A

### 检验方法

#### A.1 安全提示

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。

测定氧化亚氮中的杂质含量时，应有氧化亚氮尾气处理措施。

#### A.2 一般规定

分析前，应先将钢瓶或蓄气筒在23℃~27℃放置6 h以上。本标准所用试剂除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和GB/T 6682—2008 中规定的三级水。

#### A.3 鉴别试验

##### A.3.1 方法原理

氧化亚氮可以使炽红的木条发火燃烧，而与一氧化氮混合后不发生红色烟雾。

##### A.3.2 试剂和材料

###### A.3.2.1 氧化亚氮

###### A.3.2.2 木条

##### A.3.3 分析步骤

A.3.3.1 取炽红的木条放置在氧化亚氮中，木条能够燃烧。

A.3.3.2 取本品与等容的一氧化氮（取亚硝酸钠5g与碘化钾2.5g置试管中加水15mL使溶解，再滴加硫酸溶液（1→3）即产生一氧化氮）混合，不发生红色烟雾（与氧的区别）。

A.3.3.3 同时满足（1）和（2）的条件，即可鉴别为氧化亚氮。

#### A.4 氧化亚氮含量的测定

##### A.4.1 方法原理

在气体总的重量中减去杂质的重量即为氧化亚氮的含量。

##### A.4.2 结果计算

氧化亚氮的含量按下式计算：

$$\psi = 100 - (\psi_1 + \psi_2 + \psi_3 + \psi_4 + \psi_5 + \psi_6 + \psi_7 + \psi_8) / 10^{-6} \times 100$$

式中：

$\psi$ ——氧化亚氮含量, w%

$\psi_1$ ——氮含量, mg/Kg

$\psi_2$ ——一氧化碳含量, mg/Kg

$\psi_3$ ——二氧化碳含量, mg/Kg

$\psi_4$ ——空气含量, mg/Kg

$\psi_5$ ——一氧化氮含量, mg/Kg

$\psi_6$ ——二氧化氮含量, mg/Kg

$\psi_7$ ——水含量, mg/Kg

$\psi_8$ ——卤素含量, mg/Kg

$10^{-6}$ ——换算因子

即氧化亚氮样品中减去杂质的含量，即为样品中氧化亚氮的含量。



## A. 5 水分的测定

### A. 5.1 试剂及材料

氧化亚氮

### A. 5.2 仪器和设备

气体水份仪：检测限的体积分数：35ppb，测量范围：0-20ppm

### A. 5.3 分析步骤

开启气体水分分析仪，稳定30分钟。用气体抽样管从样品袋中抽取50~100mL气体，注入样品室中。开启样品测试按钮，直接读数即可。样品需重复测定三次以上，取平均值。

## A. 6 一氧化碳、二氧化碳及空气(氮气及氧气)的测定

### A. 6.1 试剂及材料

#### A. 6.1.1 氧化亚氮

#### A. 6.1.2 色谱载气：高纯度氮气

### A. 6.2 仪器和设备

气相色谱分析仪：（氢放电离子化检测器）型测定氧化亚氮中的一氧化碳、二氧化碳、氮气及氧气。

### A. 6.3 色谱条件：

色谱柱：长约1.5m, 内径4mm的不锈钢管，内装粒径为0.25mm-0.4mm的5A分子筛，或其他等效色谱柱。

载气流量(He, >99.9995%) : 100Psi

检测器温度 : 45℃

柱箱温度 : 50℃

吹扫气流量 : 100Psi

电源电压: 525V

纯化气温度(He, >99.9995%) : 300℃ ~ 400℃

### A. 6.4 分析步骤

A. 6.4.1 确定气相色谱分析仪所有调试完成，如不正确则须重新调整。

A. 6.4.2 将待分析的钢瓶接至取样的调压器上，先以样品气体来吹净调压器及样品池。

A. 6.4.3 分析前按照 A. 6.3 色谱条件设定仪器操作条件。

A. 6.4.4 开启应用色谱文件设定系统完成文件设定后，进行采样分析。

A. 6.4.5 分析过程中可应用色谱文件设定系统任务栏中的  $\int dx$  指令积分出各个成分的浓度

A. 6.4.6 将分析所得浓度纪录于分析纪录表即可。

## A. 7 卤素的测定

### A. 7.1 仪器和设备

卤素检测管：卤素（氯气）检测管，测量范围的体积分数 $(0-10) \times 10^6$ 。

### A. 7.2 分析步骤

用气体抽样管从样品袋中抽取50~100mL气体，将氧化亚氮气体注入检测管并开始计量。卤素遇到检测管内的化学物质即会变色，卤素含量越高，检测管中颜色变化显示的长度就越长。根据检测管颜色变化的长度，读出卤素的含量。

## A. 8 氨的测定

### A. 8.1 试剂及材料

## 氧化亚氮

### A. 8. 2仪器和设备

氨检测管（装填有溴酚蓝显色剂的检测管）

### A. 8. 3分析步骤

用气体抽样管从样品袋中抽取50~100mL气体，将氧化亚氮气体注入检测管并开始计量。氨遇到检测管内的溴酚蓝即会变色，氨含量越高，检测管中颜色变化显示的长度就越长。根据检测管颜色变化的长度，读出氨的含量。

## A. 9一氧化氮、二氧化氮的测定

### A. 9. 1仪器和设备

氮氧化物检测管（装填有临联（二）茴香胺显色剂的检测管）

### A. 9. 2分析步骤

用气体抽样管从样品袋中抽取50~100mL气体，将氧化亚氮气体注入检测管并开始计量。氮氧化物遇到检测管内的临联（二）茴香胺即会变色，含量越高，检测管中颜色变化显示的长度就越长。根据检测管颜色变化的长度，读出氮氧化物的含量。

## 三、乳糖酶

英文名称：Lactase

功能：其他

### （一）使用范围和使用量

食品分类号	食品名称	最大使用量（g/kg）	备 注
01.01.03	调制乳	按生产需要适量使用	
01.02.02	风味发酵乳		
01.03.02	调制乳粉和调制奶油粉（包括调制乳粉和调制奶油粉等）		
01.04.02	调制炼乳（包括甜炼乳、调味甜炼乳及其他使用了非乳原料的调制炼乳等）		
01.05	稀奶油（又名淡奶油）及其类似品		

### （二）质量规格要求

#### 1.生产工艺

以乳克鲁维酵母（*Kluyveromyces lactis*）生产菌在严格控制条件下进行液体深层发酵、提取、复配等工艺制备而成的乳糖酶。

2.技术要求应符合《食品安全国家标准 食品工业用酶制剂》（GB25594-2010）的规定。

## 四、柠檬酸钙(三水)

英文名称：Calcium Citrate (Trihydrated)

功能：营养强化剂

### （一）使用范围和使用量

柠檬酸钙（三水）作为钙源，按照 GB14880 的规定执行。

### （二）质量规格要求

#### 1. 生产工艺

以柠檬酸和碳酸钙为原料经过化学合成制得的柠檬酸钙（三水）。

## 2. 技术要求

2.1 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	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，观察其色泽和组织状态，嗅其气味
气味	无臭	
状态	结晶或结晶性粉末	

2.2 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
柠檬酸钙（三水）含量[以 $\text{Ca}_3(\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 计]，w/%	98.0-100.5	附录 A 中 A.4
溶解度（25℃, 100mL 水）/（g）	3.0-4.0	附录 A 中 A.5
盐酸不溶物，w/%	≤ 0.1	附录 A 中 A.6
干燥减量，w/%	1.0-1.5	附录 A 中 A.7
铅（Pb）/（mg/kg）	≤ 5	GB 5009.12
重金属（以 Pb 计）/（mg/kg）	≤ 20	GB/T5009.74
砷（以 As 计）/（mg/kg）	≤ 3	GB/T5009.11
氟化物（以 F 计），w/%	≤ 0.003	附录 A 中 A.8
溶液澄清度	通过试验	《中华人民共和国药典》2010 年版二部附录 IXB 《澄清度检查法》

## 附录 A 检验方法

### A.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。

### A.2 一般规定

本标准所用试剂除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682-2008 中规定的三级水。

试验方法中所需标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求是，均按 GB/T601、GB/T602、GB/T603 之规定制备。试验方法中所用溶液，没有指明时均指水溶液。

### A.3 鉴别试验

#### A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 盐酸。

A.3.1.2 1mol/L 乙酸溶液。

A.3.1.3 1mol/L 硫酸汞溶液。

A.3.1.4 1mol/L 高锰酸钾溶液。

A.3.1.5 1mol/L 草酸铵溶液。

A.3.1.6 2mol/L 硝酸溶液：125mL 硝酸加水稀释至 1000mL。

#### A.3.2 鉴别试验

A.3.2.1 将 0.5g 试样溶解于 10mL 水和 2.5mL 的 2mol/L 硝酸溶液的混合液中，加 1mL 1mol/L 硫酸汞溶液，加热至沸腾，再加 1mL 1mol/L 高锰酸钾溶液，产生白色沉淀。

A.3.2.2 以尽量低的温度完全灼烧 0.5g 试样，然后冷却，并将残余物溶于 10mL 的水和 1mL 1mol/L 乙酸溶液的混合液中，经过滤后再把 10mL 1mol/L 草酸铵溶液加入滤液中，产生大量白色沉淀，并可溶解于盐酸中。

### A.4 柠檬酸钙（三水）含量的测定

#### A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 3 mol/L 盐酸溶液。

A.4.1.2 1 mol/L 氢氧化钠溶液：准确称取 4g 氢氧化钠，溶于水，稀释至 100mL。

A.4.1.3 30%三乙醇胺溶液：38mL 三乙醇胺加水稀释至 100mL。

A.4.1.4 钙指示剂：称取 10g 预先在 105℃~110℃下干燥 2h 的氯化钠，置于研钵内研细，加入 0.1g 钙试剂，研细，混匀。

A.4.1.5 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液：c(EDTA) = 0.05 mol/L。

#### A.4.2 分析步骤

称取 380mg~400mg 预先在 105℃±2℃干燥 2h 的试样，精确至 0.0001g，加水 10mL，加 3mol/L 盐酸溶液至溶解（约 2mL）后，加水至约 100mL，加 30% 三乙醇胺 5mL 和 1mol/L 氢氧化钠溶液 15mL，摇匀。调节 pH 值大于 13，加入钙指示剂约 0.1g，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色为终点。

#### A.4.3 结果计算

柠檬酸钙（三水）含量以柠檬酸钙（三水） $[\text{Ca}_3(\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 的质量分数  $w_1$  计，按公式 (A.1) 计算：

$$w_1 = \frac{v \times 9.207 \times F}{m \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

$V$  ——0.05mol/L 乙二胺四乙酸二钠标准溶液消耗体积的数值, 单位为毫升(mL);

$F$  ——0.05mol/L 乙二胺四乙酸二钠标准溶液实际浓度与0.05的比值;

1000 ——换算因子;

$m$  ——试样质量的数值, 单位为克(g);

9.207 ——每消耗 1mL 0.05mol/L 的乙二胺四乙酸盐相当于 9.207mg 的柠檬酸钙(三水)。

#### A. 5 溶解度的测定

在25℃的100mL水中, 加入试样4.0g, 电动搅拌3min, 若有沉淀, 则用预先于105℃±2℃干燥至质量恒定的石英砂芯漏斗, 真空泵抽滤后, 用10mL水冲洗2次沉淀, 过滤, 沉淀物于105℃±2℃干燥2h, 冷却后称量, 为 $m_2$ 。溶解度(25℃, 100mL 水)  $w_2$  等于 (4.0-  $m_2$ ) g。

#### A. 6 盐酸不溶物的测定

称取 5g 试样, 精确至 0.001g。加 6mol/L 盐酸溶液 10mL 和水 50mL, 在磁力加热搅拌下30min, 用预先于105℃±2℃干燥2h的 3 号石英砂芯漏斗、真空泵抽滤, 用 200mL 水冲洗 5 次过滤、洗涤, 沉淀物于 105℃±2℃干燥 2h, 冷却后称量, 残留物质量不应超过 5mg (即0.1%)。

柠檬酸钙(三水) 盐酸不溶物按式A.2计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:  $w_2$  ——盐酸不溶物的百分含量;

$m_1$  ——烘干后烧杯和不溶物的质量的数值, 单位为克(g);

$m_2$  ——烧杯的质量的数值, 单位为克(g);

$m$  ——试样质量的数值, 单位为克(g)。

#### A. 7 干燥减量的测定

##### A. 7. 1 分析步骤

称取约2g试样, 精准至0.0001g, 置于预先在105℃±2℃干燥1h的扁形称量瓶中, 铺成3mm以下的层, 于105℃±2℃干燥2h, 冷却后称量。

##### A. 7. 2 结果计算

干燥减量的质量分数 $w_3$ , 按公式(A.3)计算:

$$w_3 = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

$m$  ——干燥前试样质量的数值, 单位为克(g);

$m_1$  ——干燥后试样质量的数值, 单位为克(g)。

#### A. 8 氟化物的测定

##### A. 8. 1 试剂和材料

###### A. 8. 1. 1 高氯酸。

A. 8. 1. 2 硝酸钍溶液: 称取硝酸钍 250mg, 加水溶解后稀释至 1000mL。

A. 8. 1. 3 茜素磺酸钠溶液: 茜素磺酸钠与水体积比 1:1000。

A. 8. 1. 4 0.05mol/L 氢氧化钠溶液。

A. 8. 1. 5 0.1Lmol/L 盐酸溶液。

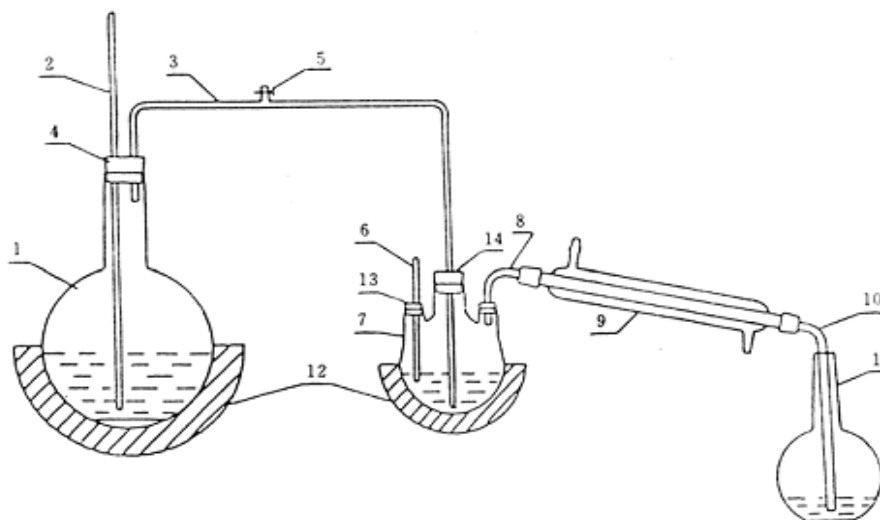
A. 8. 1. 6 氟化钠标准溶液: 精密称取经 105℃干燥 1h 的氟化钠 22.1mg, 置 100mL 容量瓶中, 加水溶解并稀释至刻度, 摇匀; 精密量取 10mL, 置另一 100mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 即得每 1mL 氟化钠标准溶液相当于 0.01 mg 的氟。

## A. 8. 2 仪器和设备

一般实验室用仪器。

A. 8. 2. 1 测氟蒸馏装置示意图见图 A. 1。

A. 8. 2. 2 比色管 50mL。



1—蒸汽发生器 (1000 mL 烧瓶); 2—安全管 ( $\phi 5$  mm); 3—玻璃管 ( $\phi 5$  mm)  
4—橡皮塞; 5—三通管和螺丝夹; 6—温度计 (200℃); 7—三口瓶 (250 mL);  
8—玻璃弯管; 9—直形冷凝器 (500 mm); 10—玻璃弯管; 11—容量瓶;  
12—加热套或电炉; 13、14—橡皮塞

图 A. 1 测氟蒸馏装置示意图

## A. 8. 3 分析步骤

称取试样2.0g, 精确至 0.01g, 置于 250 mL 三口瓶中 (见图A.1), 加 10~20 粒玻璃珠, 慢慢加入 5mL 高氯酸, 用 15mL 水冲洗瓶壁。在三口瓶上装好温度计和玻璃管, 并将温度计的水银球和玻璃管插入三口瓶里的试液中, 并按测氟示意图将三口瓶与蒸汽发生器和直形冷凝管相连, 在蒸汽发生器中加入500mL 水, 打开螺丝夹, 加热至沸腾, 关闭螺丝夹, 将水蒸气通入三口瓶中, 通过电炉使三口瓶液体保持在 135℃~140℃, 直到馏出液约为 70mL 停止蒸馏。用水稀释馏出物至 80mL, 混匀, 移取 40mL 溶液于一 50mL 比色管中, 在相同的管中装入 40mL 水作为对照液, 每一只管子中, 加入 0.1mL 茜素磺酸钠溶液 (1-1000), 混匀, 滴加 0.05mol/L 氢氧化钠溶液, 边搅拌边加到含馏出物的管中, 直到试样管呈粉红色与对照管一致, 然后, 在试样与对照管中各加入 1mL 0.1mol/L 盐酸, 混匀。由滴定管以每次 0.05mL 的量在试样管内加入硝酸钍溶液, 使试样溶液变为粉红色。同时也在对照管内也精确加入同样体积的硝酸钍溶液, 混匀, 再用滴定管加入氟化钠标准溶液, 使试样管与对照管的颜色一样后, 稀释至相同体积, 混匀, 放置使管内气泡全部逸出后比较,

在对照管内加 1~2 滴氟化钠标准溶液，溶液颜色发生明显变化（即对照管内溶液颜色明显深于试样管颜色）可确定终点，消耗的氟化钠标准溶液不应超过 3.0mL，（每 1mL 氟化钠标准溶液相当于 10g 氟）。即要求柠檬酸钙（三水）中氟化物含量不得超过0.003%。

## 五、右旋糖酐酶

1.功能：食品用酶制剂

2.

酶	来 源
右旋糖酐酶 Dextranase	无定毛壳菌 <i>Chaetomium erraticum</i> （又名：细丽毛壳 <i>Chaetomium gracil</i> ）

3. 质量规格要求应符合《食品工业用酶制剂》（GB25594-2010）的规定。

## 附件 2

## 乳酸钙等 13 种扩大使用范围及用量的 食品添加剂

	名称	功能	食品分类号	食品名称	最大使用量 (g/kg)	备注
1	乳酸钙	稳定剂和凝固剂	16.01	果冻	6	
2	二氧化碳	防腐剂	15.02	配制酒（仅限预调酒）	按生产需要适量使用	
3	海藻酸丙二醇酯	增稠剂、乳化剂、稳定剂	06.08	冷冻米面制品	5.0	
4	辣椒油树脂	着色剂、增味剂	01.06.04	再制干酪	按生产需要适量使用	
5	碳酸氢铵	膨松剂	13.02.01	婴幼儿谷类辅助食品	按生产需要适量使用	
6	碳酸氢钠	膨松剂	06.02.02	大米制品（仅限发酵大米制品）	按生产需要适量使用	
			13.02.01	婴幼儿谷类辅助食品		
7	碳酸钠	酸度调节剂	06.02.02	大米制品（仅限发酵大米制品）	按生产需要适量使用	
8	甜菊糖苷	甜味剂	11.04	餐桌甜味料	0.05g/份	
9	黄原胶	增稠剂	13.01.03	特殊医学用途婴儿配方食品	9	使用量仅限粉状产品，液态产品按照稀释倍数折算
10	焦磷酸二氢二钠	护色剂	06.04.02.02	其他杂粮制品（冷冻薯泥，包括冷冻土豆泥和冷冻红薯泥）	1.5	最大使用量以磷酸根（ $PO_4^{3-}$ ）计



11	焦磷酸二氢二钠	膨松剂	06.03.02.04	面糊（如用于鱼和禽肉的托面糊）、裹粉、煎炸粉	5	以终产品中磷酸根（ $\text{PO}_4^{3-}$ ）含量计，可按涂裹率增加使用量
12	三聚磷酸钠	水份保持剂	12.01	复合调味料	5	以肉制品终产品中磷酸根（ $\text{PO}_4^{3-}$ ）计
13	辛烯基琥珀酸淀粉钠	乳化剂	13.01.03	特殊医学用途婴儿配方食品	150	使用量仅限粉状产品，液态产品按照稀释倍数折算

附件 3

## 白油（液体石蜡）等 5 种扩大使用范围及用量的食品用加工助剂

	名称	英文名称	功能	使用范围
1	白油（液体石蜡）	white mineral oil	被膜剂	胶原蛋白肠衣的加工工艺
2	硫酸铜	copper sulphate	发酵用营养物质	发酵工艺
3	硫酸锌	zinc sulphate	发酵用营养物质	发酵工艺
4	乙酸乙酯	ethyl acetate	提取溶剂	酵母抽提物的加工工艺
5	聚甘油脂肪酸酯	polyglycerol esters of fatty acid	消泡剂	制糖工艺

## 附件 4

## 铁等 8 种扩大使用范围及用量的 食品营养强化剂

	名称	食品分类号	食品名称	使用量
1	铁	01.02.02	风味发酵乳	10—20 mg/kg
		01.06	干酪和再制干酪 (仅限再制干酪)	60—100 mg/kg
2	牛磺酸	01.01.03	调制乳	0.1—0.5 g/kg
		01.02.02	风味发酵乳	0.1—0.5 g/kg
		01.06	干酪和再制干酪 (仅限再制干酪)	0.3—0.5 g/kg
		01.08	其他乳制品 (仅限奶片)	0.3—0.5g/kg
3	乳铁蛋白	01.03.02	调制乳粉	≤ 1.0 g/kg
4	维生素 A	01.02.02	风味发酵乳	3000—9000 μg/kg
		01.06	干酪和再制干酪 (仅限再制干酪)	600—1000 μg/kg
5	维生素 C	01.01.03	调制乳	120—240 mg/kg
6	维生素 D	01.02.02	风味发酵乳	10—40 μg/kg
		01.06	干酪和再制干酪 (仅限再制干酪)	63—125 μg/kg
		01.08	其他乳制品 (仅限奶片)	63—125 μg/kg
7	维生素 B <sub>1</sub>	14.02.03	果蔬汁(肉)饮料(包括 发酵型产品等)	2—5 mg/kg
8	维生素 B <sub>2</sub>	14.02.03	果蔬汁(肉)饮料(包括 发酵型产品等)	2—5 mg/kg

附件 5

## 增补食品添加剂葡萄糖酸- $\delta$ -内酯的 质量规格要求

### 1. 生产工艺

以葡萄糖酸钠为原料，经溶解、阳离子交换脱钠、浓缩、结晶、离心、干燥后制得。

### 2. 技术要求

按照《食品添加剂 葡萄糖酸- $\delta$ -内酯》(GB 7657-2005)的规定执行。

附件 6

## 增补食品用酶制剂蛋白酶的原料来源

酶	来 源
蛋白酶 Protease	嗜热脂解芽孢杆菌 Bacillus Stearothermophi

注：质量规格要求应符合《食品工业用酶制剂》（GB25594-2010）的规定。



# 食品安全标准与监测评估司

主站首页 | 首页 | 最新信息 | 政策文件 | 工作动态 | 关于我们 | 图片集锦 | 专题专栏

通知公告

您现在所在位置: 首页 > 最新信息 > 标准处 > 通知公告

## 关于批准紫甘薯色素等9种食品添加剂的公告 (2012年 第6号)

发布时间: 2012-04-16 来源:



### 2012年 第6号

根据《中华人民共和国食品安全法》和《食品添加剂新品种管理办法》的规定,经审核,现批准紫甘薯色素等9种食品添加剂和异戊酸异丙酯等15种食品用香料新品种,增补低聚果糖等3种已批准食品添加剂的质量规格要求和脂肪酶等2种食品用酶制剂的原料来源。

特此公告。

- 附件: 1. 紫甘薯色素等9种食品添加剂新品种
- 2. 异戊酸异丙酯等15种食品用香料新品种
- 3. 增补低聚果糖等3种食品添加剂的质量规格要求
- 4. 增补脂肪酶等2种食品用酶制剂的原料来源

附件1-4.pdf

二〇一二年四月九日

分享到

委机关

地方部门

直属和联系单位



联系方式 | 网站地图

地址:北京市西城区西直门外南路1号 邮编:100044 电话:010-68792114

中华人民共和国国家卫生健康委员会 版权所有,不得非法镜像. ICP备案编号:京ICP备11020874

技术支持:国家卫生健康委员会统计信息中心



## 附件 1

# 紫甘薯色素等 9 种食品添加剂新品种

### 一、 紫甘薯色素

英文名称：Purple Sweet Potato Color

功能：着色剂

#### （一） 使用范围和使用量

食品分类号	食品名称	最大使用量 (g/kg)	备注
03.0	冷冻饮品(03.04 食用冰除外)	0.2	
05.02	糖果	0.1	
07.02.04	糕点彩装	0.2	
14.02.03	果蔬汁(肉)饮料(包括发酵型产品等)	0.1	
15.02	配制酒	0.2	

#### （二） 质量规格要求

##### 1. 生产工艺

以番薯属植物紫甘薯(*Ipomoea batatas* Poiret)的块根为原料，用柠檬酸水溶液或含柠檬酸的乙醇水溶液抽提、纯化及大孔吸附树脂进一步纯化的液体紫甘薯色素，经喷雾干燥制得粉状紫甘薯色素。

##### 2. 性状

红至紫红色液体、粉末或颗粒状固体，无肉眼可见杂质。

##### 3. 技术要求：应符合表 1 的规定。

表 1 理化指标

项 目	指 标	检 验 方 法
色价 $E_{1cm}^{1\%}$ (530 nm±5nm)	≥ 5.0	附录 A 中 A.2
pH	2.0~5.0	附录 A 中 A.3
矢车菊素-3-葡萄糖苷, w/%	≥ 1	附录 A 中 A.4
灰分, w/%	≤ 4	GB 5009.4
铅 (Pb) /(mg/kg)	≤ 3.0	GB 5009.12
砷 (以 As 计) /(mg/kg)	≤ 2.0	GB/T 5009.11

## 附录 A

### 检验方法

#### A.1 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和GB/T 603之规定制备。

#### A.2 色价的测定

##### A.2.1 pH 3.0柠檬酸-磷酸氢二钠缓冲溶液配制

A.2.1.1 0.2 mol/L 磷酸氢二钠溶液：精确称取磷酸氢二钠（ $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）35.60 g，用蒸馏水定容至1000 mL。

A.2.1.2 0.1 mol/L 柠檬酸溶液：精确称取柠檬酸（ $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ）21.0140 g，用蒸馏水定容至1000 mL。

A.2.1.3 pH 3.0 柠檬酸-磷酸氢二钠缓冲溶液：取0.2 mol/L 磷酸氢二钠溶液4.11 mL与0.1 mol/L 柠檬酸溶液15.89 mL混合。用pH计测pH值有误差时，应将pH值准确调整至3.00。

##### A.2.2 测定

精确称取样品0.1 g~0.2 g，用pH 3.0 柠檬酸-磷酸氢二钠缓冲溶液稀释至100 mL（吸光度应控制在0.3~0.7之间），用1cm比色皿以缓冲溶液作空白，在530 nm±5 nm下测定吸光度。

##### A.2.3 结果计算

$$E_{1\text{cm}}^{1\%}(530 \pm 5) \text{ nm} = A/m$$

式中：

A——吸光度；

m——样品的质量，g；

$E_{1\text{cm}}^{1\%}$ ——色价，即在被测样品浓度为1%、1 cm比色皿、在530 nm±5 nm 范围内的最大吸收峰的吸光度。

#### A.3 pH的测定

称取1g样品，用100mL容量瓶以去离子水定容至刻度，摇匀，此液为待测样液。用精度为0.01pH的酸度计测定样液pH值。

#### A.4 矢车菊—3—葡萄糖苷的测定

##### A.4.1 测试液制备

准确称取一定量的液体或固体样品，用水溶解后，稀释定容至50 mL，此为待测样品的储备液。吸取两份等量的储备液，分别用pH 1.0的缓冲溶液和pH 4.5的缓冲溶液稀释定容至50mL，此为试样液。储备液的最大取样量应不超过10 mL，以保证不超出缓冲溶液的缓冲能



力。

用pH 1.0的缓冲溶液对储备液进行适当稀释，直到520 nm下的吸光度值在分光光度计的线性范围内。采用这个稀释倍数，制备两份试样液，一个用pH 1.0的缓冲溶液稀释，另一个用pH 4.5的缓冲溶液稀释。

#### A. 4. 2 pH 1.0 氯化钾缓冲溶液和pH 4.5 乙酸钠缓冲溶液配制

A. 4. 2. 1 pH1.0缓冲溶液（氯化钾，0.025 M）：称取1.86 g KCl放入烧杯中，加入约980 mL蒸馏水。测量pH值，用HCl（约6.3 mL）调pH至1.0。转移到1 L的容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度。

A. 4. 2. 2 pH4.5缓冲溶液（乙酸钠，0.4 M）：称取54.43 g CH<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>Na·3H<sub>2</sub>O放入烧杯中，加入约960 mL水。测量pH值，用HCl（约20 mL）调pH至4.5（±0.05）。转移到1 L的容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度。

#### A. 4. 3 测定

测定分别经过 pH 1.0 和 pH 4.5 的缓冲溶液稀释的样品在 520 nm 和 700 nm 波长下的吸光度值，以水做空白。样品制备完毕后要求在 20 min~50 min 的时间以内测定吸光度值。

注：在700 nm波长下测定吸光度值是为了校正混浊对测定结果的干扰。如果稀释后的样品过于混浊，测定前采用离心或过滤的方法进行澄清处理。采用的过滤器不能吸收花青素。

#### A. 4. 4 结果计算

$$\text{矢车菊-3-葡萄糖苷, \%} = \frac{A \times MW \times DF \times 1000}{\epsilon \times l} \times \frac{V \times 10^{-3}}{m} \times 100\%$$

式中，

A—— $(A_{520\text{nm}} - A_{700\text{nm}})_{\text{pH 1.0}} - (A_{520\text{nm}} - A_{700\text{nm}})_{\text{pH 4.5}}$ ；

MW(分子量)——449.2 g/mol，矢车菊-3-葡萄糖苷的分子量；

DF——样品储备液的稀释倍数，按A.4.1中方法计算；

l——光路长，cm；

$\epsilon$ ——269000，矢车菊-3-葡萄糖苷的摩尔消光系数，L×mol<sup>-1</sup>×cm<sup>-1</sup>；

1000——由g换算成mg的转换系数。

V——储备液的体积（50），单位 mL；

m——样品的重量，单位 mg

## 二、 葡萄糖酸钠

英文名称: Sodium Gluconate

功能分类: 酸度调节剂

### (一) 使用范围和使用量

在各类食品(除外 GB 2760 中表 A.3 所列的食品类别)中按生产需要适量使用。

### (二) 质量规格要求

#### 1. 生产工艺

通过淀粉发酵产生的葡萄糖酸和氢氧化钠反应生成葡萄糖酸钠,经浓缩、结晶干燥后制得。

#### 2. 技术要求

2.1 感官指标:应符合表 1 的规定。

表 1 感官指标

项 目	指 标	检验方法
气 味	本品固有气味、无异味	将 10g 试样置于白搪瓷盘内,于光线充足、无异味的环境中
色 泽	白色至黄白色	
性 状	结晶性粉末或颗粒	
杂 质	无肉眼可见杂质、无异物	

2.2 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
葡萄糖酸钠(以 $C_6H_{11}NaO_7$ ,干基计),w/%	98.0~102.0	附录A中的A.4
干燥减量,w/%	≤ 0.3	附录A中的A.5
澄清度试验	符合试验	附录A中的A.6
pH值(10%w/v水溶液)	6.2~7.8	GB/T 9724
重金属(以Pb计)/(mg/kg)	≤ 20	附录A中的A.7
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 10	GB 5009.12
砷(以As计)/(mg/kg)	≤ 3	附录A中的A.8
还原糖(以葡萄糖计),w/%	≤ 0.5	附录A中的A.9

2.3 微生物指标:应符合表 3 的规定。

表 3 微生物指标

项 目	指 标	检验方法
菌落总数,(CFU/g)	≤ 10000	GB 4789.2
大肠菌群,(MPN/g)	≤ 3	GB 4789.3
霉菌和酵母,(CFU/g)	≤ 1000	GB 4789.15

## 附录 A 检验方法

### A.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。

### A.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 和GB/T 603 之规定制备。

### A.3 鉴别试验

#### A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 冰乙酸。

A.3.1.2 苯肼：临用时蒸馏。

#### A.3.2 钠离子鉴别方法

取铂丝，用盐酸润湿后，先无色火焰上燃烧至无色。再蘸试样，在无色火焰中燃烧，火焰即显亮黄色。

#### A.3.3 葡萄糖酸的鉴别

##### A.3.3.1 方法原理

样品在乙酸介质中，与苯肼共热，生成黄色葡萄糖酰苯肼结晶。

##### A.3.3.2 分析步骤

取约0.5 g 实验室样品，精确至0.01 g，置10 mL 试管中，加5 mL 水，溶解（必要时加热），加0.7 mL 冰乙酸和1 mL 苯肼，在水浴上加热30min，放至室温，用玻璃棒摩擦试管内壁，则析出黄色的结晶。

### A.4 葡萄糖酸钠的测定

#### A.4.1 方法提要

试样以冰乙酸为溶剂，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葡萄糖酸钠的含量。

#### A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 冰乙酸。

A.4.2.2 结晶紫指示液：2g/L。

A.4.2.3 高氯酸标准滴定溶液： $c(\text{HClO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

#### A.4.3 分析步骤

A.4.3.1 称取约0.4g A.5.1 中干燥物A, 精确至0.0001g, 置于250mL干燥的锥形瓶中, 加50mL 冰乙酸(可用电热板稍微加热), 加2~3滴结晶紫指示液, 用高氯酸标准滴定溶液滴定至溶液由紫色经蓝色最后变为绿色即为终点。

A.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。

#### A.4.4 结果计算

葡萄糖酸钠(以 $C_6H_{11}NaO_7$ 计)的质量分数 $w_1$ , 数值以%表示, 按公式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times M}{m \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(A.1)$$

式中:

$V_1$ ——试料消耗高氯酸标准滴定溶液(A.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);

$M$ ——葡萄糖酸钠的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol)( $M=218.14$ )。

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

### A.5 干燥减量的测定

#### A.5.1 分析步骤

称取约4.0g实验室样品, 精确至0.0001g, 置于预先在 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥至质量恒定的称量瓶中, 铺成5mm以下的层。在 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 的恒温干燥箱中干燥2h, 置于干燥器中冷却30min称量。保留部分干燥物(此为干燥物A)用作葡萄糖酸钠含量的测定。

#### A.5.2 结果计算

干燥减量的质量分数 $w_2$ , 数值以%表示, 按式(A.2)计算:

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

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报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于0.05%。

### A.6 澄清度试验

#### A.6.1 试剂和材料

A.6.1.1 硝酸溶液: 1+2。

A.6.1.2 糊精溶液: 20g/L。

A.6.1.3 硝酸银溶液：20g/L。

A.6.1.4 浊度标准溶液：含氯（Cl）0.01mg/mL。量取 $c(\text{HCl})=0.1\text{mol/L}$ 盐酸标准滴定溶液14.1 mL $\pm 0.02\text{mL}$ ，置于50mL容量瓶中，稀释至刻度。量取该溶液10 mL $\pm 0.02\text{mL}$ 于1000mL容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。

#### A.6.2 分析步骤

称取约2.5g实验室样品，精确至0.01g，置于比色管中，加水溶解并稀释至25mL，作为试验溶液；取另一只比色管，准确加入0.50mL浊度标准溶液，加水至20mL，加1mL硝酸溶液，0.2mL糊精溶液及1mL硝酸银溶液，加水至25mL，摇匀，避光放置15min，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。

### A.7 重金属的测定

#### A.7.1 试剂和材料

A.7.1.1 硝酸。

A.7.1.2 甘油。

A.7.1.3 乙酸铵。

A.7.1.4 硝酸铅。

A.7.1.5 硫代乙酰胺。

A.7.1.6 盐酸溶液： $c(\text{HCl})=2\text{mol/L}$ 。

A.7.1.7 氨水溶液： $c(\text{NH}_3\text{H}_2\text{O})=5\text{mol/L}$ 。

A.7.1.8 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH})=1\text{mol/L}$ 。

A.7.1.9 盐酸溶液： $c(\text{HCl})=7\text{mol/L}$ 。

A.7.1.10 乙酸盐缓冲液（pH3.5）：称取25 g乙酸铵，精确至0.01 g，加25 mL水溶解后，加7 mol/L盐酸溶液38 mL，用2 mol/L盐酸溶液或5 mol/L氨水溶液准确调节pH至3.5（pH计），用水稀释至100 mL。

A.7.1.11 硫代乙酰胺试液：称取4 g硫代乙酰胺，精确至0.01 g，加水使溶解成100 mL，置冰箱中保存。临用前取5.0 mL混合液（由15 mL 1 mol/L氢氧化钠溶液、5.0 mL水及20mL甘油组成），加上述1.0 mL硫代乙酰胺溶液，置水浴上加热20s，冷却，立即使用。

A.7.1.12 铅标准溶液：称取0.160 g硝酸铅，精确至0.0002g，置于1000 mL容量瓶中，加硝酸5 mL与50 mL水溶解后，用水稀释至刻度，摇匀，作为贮备液。临用前，移取10 mL $\pm 0.02\text{mL}$ 贮备液，置于100 mL容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，即得（每1mL相当于10  $\mu\text{g}$ 的Pb）。配制与贮存用的玻璃仪器均不得含铅。

#### A.7.2 分析步骤

按《中华人民共和国药典》2010年版二部附录 VIII H 重金属检查法第一法进行。具体方法如下：

取25 mL 纳氏比色管两支，甲管中加入2 mL $\pm$ 0.02mL（含铅10.0 $\mu$ g）铅（Pb）标准溶液与2 mL 乙酸盐缓冲液后，加水稀释成25 mL，另称取1 g实验室样品，精确至0.01 g，置于纳氏比色管乙管中，加20 mL水，微热溶解后，放冷，加2 mL乙酸盐缓冲液（pH 3.5），用水稀释成25 mL，若该溶液带颜色，可在甲管中滴加少量的稀焦糖溶液或其他无干扰的有色溶液，使之与乙管一致；再在甲乙两管中分别加硫代乙酰胺试液各2 mL，摇匀，放置2 min，同置白纸上，自上向下透视，乙管中显出的颜色与甲管比较，不得更深。

#### A.8 砷的测定（砷斑法）

称取1g $\pm$ 0.01g 实验室样品，加盐酸试剂5mL，再加水至30 mL 溶解后，按GB/T 5009.76 第二法砷斑法测定。量取3mL $\pm$ 0.05mL 砷标准溶液（含0.003 mg 砷），制备砷限量标准液。供试品溶液与砷标准溶液3 mL（含砷0.003 mg）制成的对照液比较，不得更深。

#### A.9 还原糖的测定

##### A.9.1 方法原理

还原糖将二价铜离子还原成氧化亚铜，剩余的二价铜离子在酸性条件下与碘离子反应生成定量的碘，以硫代硫酸钠标准溶液滴定生成的碘，从而计算出样品中还原糖的含量。

##### A.9.2 试剂和材料

###### A.9.2.1 碱性柠檬酸铜溶液的配制：

溶液A：称取173 g柠檬酸钠（枸橼酸钠）和100g无水碳酸钠，加温水使溶解成700mL（若溶液显浑浊过滤使澄清）。

溶液B：称取17.3 g硫酸铜结晶，加水使溶解成100mL。

临用前取100 mL溶液B，在不断振摇下，缓缓加入700mL溶液A，冷却后，加水定容至1000mL。

A.9.2.2 碘标准液： $c(1/2I_2)=0.05$  mol/L。

A.9.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液：0.1mol/L。

A.9.2.4 淀粉指示液：10g/L。

A.9.2.5 乙酸溶液：1+27。

A.9.2.6 盐酸溶液：3mol/L。

##### A.9.3 分析步骤

称取约1.0g 实验室样品，精确至0.001g，置250mL碘瓶中，加20mL水（必要时加热）使溶解，冷却至室温，精确加入25.0 mL碱性柠檬酸铜溶液，瓶口用小表面皿盖住，准确煮沸5 min后，迅速冷却至室温，加25.0 mL乙酸溶液，摇匀，精确加入10.0 mL碘标准液，密塞，摇匀，放置10 min，加入10.0mL盐酸溶液，再加3.0mL淀粉指示液，立即用硫代硫酸钠标准溶液滴定至溶液显亮蓝色，并将滴定结果用空白试验校正。每毫升硫代硫酸钠标准溶液（0.1mol/L）相当于2.7mg葡萄糖。

##### A.9.4 结果计算

还原糖（以C<sub>6</sub>H<sub>12</sub>O<sub>6</sub>计）的质量分数 $w_3$ ，数值以%表示，按公式（A.3）计算：

$$w_3 = \frac{(V_0 - V_1) \times c \times M}{m \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(A.3)$$

式中：

$V_0$ ——空白试验所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V_1$ ——滴定试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$c$  ——硫代硫酸钠标准滴定溶液实际浓度的数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$m$  ——实验室样品质量的数值，单位为克（g）；

$M$  ——还原糖（ $3/20C_6H_{12}O_6$ ）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=27$ ）。

### 三、 红曲黄色素

英文名称: *Monascus Yellow Pigment*

功能: 着色剂

#### (一) 红曲黄色素使用范围和使用量

食品分类号	食品类别	最大使用量
07.02	糕点	按生产需要适量使用
14.02.03	果蔬汁(肉)饮料(包括发酵型产品等)	按生产需要适量使用
14.03	蛋白饮料类	按生产需要适量使用
14.04.01	碳酸饮料	按生产需要适量使用
14.04.02.02	风味饮料(包括果味饮料、乳味、茶味及其他饮料)	按生产需要适量使用
14.06	固体饮料类	按生产需要适量使用
15.02	配制酒	按生产需要适量使用
16.01	果冻	按生产需要适量使用

#### (二) 质量规格要求

##### 1. 生产工艺

红曲米用碱溶液洗脱,分离得出红曲红色素,再加入硫化物黄化,干燥制成红曲黄色素。

##### 2. 性状

褐黄色粉末。

##### 3. 技术要求: 应符合表 1 的规定。

表 1 理化指标

项 目	指 标	检 验 方 法	
色价, $E_{1cm}^{1\%}$ 476nm	≥	150	附录 A 中 A.2
灰分, w/%	≤	10.4	GB 5009.4
水分, w/%	≤	3	GB 5009.3
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤	10	GB/T 5009.74
铅(Pb)/(mg/kg)	≤	5.0	GB 5009.12
砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤	3.0	GB/T 5009.11
桔青霉素/(μg/kg)	≤	200	卫生部《保健食品检验与评价技术规范》(2003 年版)红曲产品中桔青霉素的测定



## 附录 A

### 检验方法

#### A.1 鉴别试验

##### A.1.1 物理性状

橙黄至褐色黄色粉末，易溶于水，溶液透明无沉淀。

##### A.1.2 最大吸收波长

###### A.1.2.1 仪器和设备

紫外-可见分光光度计。

###### A.1.2.2 试验步骤

称取 0.01g 试样，溶于 100mL 乙醇中，此溶液最大吸收波长为在 476nm 附近。

#### A.2 色价

##### A.2.1 试剂和材料

乙醇(GB/T 679—2002):70%溶液。

##### A.2.2 试验步骤

称取样品 0.1g(精确至 0.001 g)，醇溶样品用 70%乙醇溶液溶解，水溶样品用水溶解，定容至 1000mL 摇匀。取此液置于 1cm 比色杯中，用分光光度计于 476nm 处，以 70%乙醇溶液或水为空白对照，测定其吸光度。

##### A.2.3 结果计算

$$E_{1cm}^{1\%} 476nm = \frac{A \times n}{m} \times \frac{1}{100} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$E_{1cm}^{1\%} 467nm$ ——试样色价；

$A$ ——稀释后试样溶液的吸光度；

$m$ ——试样的质量，单位为克 (g)；

$n$ ——稀释倍数。

实验结果以两次平行测定结果的算术平均值为准。两次平行测定结果的允许差不大于 2%。

#### 四、 $\beta$ -阿朴-8'-胡萝卜素醛

英文名称： $\beta$ -Apo-8'-carotenal

功能：着色剂

##### (一) 使用范围和使用量

食品分类号	食品名称/分类	最大使用量 (mg/kg)	备注
01.02.02	风味发酵乳	15	以 $\beta$ -阿朴-8'-胡萝卜素醛计
01.06.04	再制干酪	18	
03.0	冷冻饮品	20	
05.02	糖果	15	
07.0	焙烤食品	15	
12.10.02	半固体复合调味料	5	
14.0	饮料类(除外 14.01 包装饮用水类)	10	以 $\beta$ -阿朴-8'-胡萝卜素醛计，固体饮料按冲调倍数增加使用量

##### (二) 质量规格要求

###### 1. 生产工艺

由类胡萝卜素生产中常用的合成中间体，经过维蒂希聚合反应制备而成的阿朴胡萝卜素醛。包含少量的其它类胡萝卜素。商业上用于食品的配方型制剂，是添加了抗氧化剂、乳化剂等辅料，将其配制成悬浮于食用油中的悬浮液或水溶型的粉末。

###### 2. 性状

深紫色带有金属光泽的晶体或结晶性粉末，对氧气和光敏感。不溶于水，微溶于乙醇，略溶于植物油，溶解于氯仿。

3. 技术要求：应符合表 1 的规定。

表1 理化指标

项 目	指 标	检验方法
总着色剂含量, w/%	$\geq$ 96	附录 A 中 A.1
辅助性着色剂, w/% (占总着色剂的含量)	$\leq$ 3	附录 A 中 A.2
硫酸灰分, w/%	$\leq$ 0.1	附录 A 中 A.3
铅 (Pb) / (mg/kg)	$\leq$ 2	GB 5009.12

## 附录 A

### 检验方法

#### A.1 总着色剂含量的测定

##### A.1.1 试剂和材料

A.1.1.1 氯仿，分析纯。

A.1.1.2 环己烷，试剂级。

##### A.1.2 试验步骤

精密称定  $0.08\text{g} \pm 0.01\text{g}$  样品 ( $W$ )，置于一  $100\text{mL}$  的容量瓶中 ( $V_1$ )，加入  $20\text{mL}$  氯仿，旋转烧瓶至样品溶解，应确保溶液是澄清的。用环己烷加至刻度并混合。取  $5.0\text{ mL}$  该溶液 ( $v_1$ ) 置于第二只  $100\text{mL}$  容量瓶中 ( $V_2$ ) 中，用环己烷稀释至刻度并混合。取  $5.0\text{ mL}$  该稀释溶液 ( $v_2$ ) 置于最终的  $100\text{mL}$  容量瓶中 ( $V_3$ ) 中，用环己烷稀释至刻度。用  $1\text{cm}$  比色池，在最大吸收波长处，测定经过两次稀释的溶液的吸收值 ( $A$ )，以环己烷作为空白对照。

该操作过程应尽快完成，尽可能地避免暴露在空气中，应保证所有操作均避免阳光直射。

吸收系数 ( $a$ ) = 2640

大约的最大吸收波长 = 461 nm

##### A.1.3 结果计算

通过以下两个公式来计算样品中总着色剂含量：

% 总着色剂含量 =  $100 \times (A \times V_1 \times V_2 \times V_3) / (a \times 10^{-3} \times v_1 \times v_2 \times W)$

或者

% 总着色剂含量 =  $(A \times V_1 \times V_2 \times V_3) / (v_1 \times v_2 \times W \times A^{1\%}_{1\text{cm}})$

式中：

$A$ ——样品溶液在最大吸收波长处的吸收值；

$A^{1\%}_{1\text{cm}}$ ——质量标准中给出的标准的特征吸收值；

$a$ ——吸收系数， $a=2640$ ；

$V_1$ 、 $V_2$  和  $V_3$ ——分别为 3 个容量瓶的体积（每个  $100\text{ mL}$ ）；

$v_1$  和  $v_2$ ——两次用移液管移取的体积（每次  $5\text{mL}$ ）

$a$ ——吸收系数， $a=2640$ ，单位为  $\text{L}/(\text{g}\cdot\text{cm})$ ；

$10^{-3}$ —— $\text{mL}/\text{L}$  之间的换算系数。

#### A.2 辅助性着色剂的测定

##### A.2.1 试剂和材料

A.2.1.1 氯仿（分析纯），3% KOH 的甲醇溶液。

A.2.1.2 薄层色谱板（硅胶  $0.25\text{mm}$ ），分光光度计。

A.2.1.3 展开剂：展开剂为正己烷/氯仿/乙酸乙酯（70+20+10）。

##### A.2.2 试验步骤

溶解大约  $80\text{g}$  样品在  $100\text{mL}$  氯仿中。取  $400\mu\text{L}$  该溶液点样于薄层色谱板（硅胶  $0.25\text{mm}$ ）上，点样基线距离薄层板底部  $2\text{cm}$ 。预处理薄层板，将薄层板浸泡于 3% KOH 的甲醇溶液中使之完全湿润，然后在空气中干燥  $5\text{min}$  后在烘箱中于  $110^\circ\text{C}$  活化  $1\text{h}$ 。在有  $\text{CaCl}_2$  存在的干燥器冷却并保存待用。

用该类胡萝卜素溶液点样后，立刻在预先用展开剂饱和的展开缸中展开，展开剂为正己烷/氯仿/乙酸乙酯（70+20+10），并适当避光，直到溶剂前沿移动至距离基线大约  $10\text{cm}$  处。

取出色谱板,在室温下蒸发大部分溶剂,标记主要的色谱带和其它类胡萝卜素相应的色谱带。取下包含主要色谱带的硅胶吸收剂,移入一带玻璃塞的100mL的离心管中,加入40.0mL氯仿(溶液1)。取下结合了其它类胡萝卜素相应的色谱条带,移至一带玻璃塞的50mL的离心管中,加入20.0mL氯仿(溶液2)。机械振摇离心管10min后,再离心5min。取10.0mL溶液1用氯仿稀释至50.0mL(溶液3)。

选择合适的分光光度计,在大约474nm处测定溶液2和溶液3的吸收值,用1cm比色池,以氯仿作为空白对照。

### A. 2. 3 结果计算:

$\beta$ -阿朴-8'-胡萝卜素醛以外的类胡萝卜素按下式计算:

$$\frac{A_2 \times 10}{A_3}$$

式中:

$A_2$ ——溶液2的吸收度;

$A_3$ ——溶液3的吸收度。

## A. 3 硫酸灰分的测定

### A. 3. 1 试剂和材料

A. 3. 1. 1 硫酸溶液:一定量已知浓度的硫酸加入适量水中,调正最终浓度为95.5~95.5之间即得。

A. 3. 1. 2 碳酸铵。

### A. 3. 2 仪器和设备

A. 3. 2. 1 蒸发皿。

A. 3. 2. 2 加热板/阿尔冈氏灯/红外加热灯。

A. 3. 2. 3 马弗炉、干燥器。

### A. 3. 3 试验步骤

取2g样品,置于50mL~100mL铂金蒸发皿或其它类似容器。加入充分稀释的硫酸试液润湿整个样品。缓慢加热,使用加热板、阿尔冈氏灯、或者红外加热灯,加热直至样品干燥并完全烧焦,然后继续加热直到所有的样品挥发或者几乎所有的碳都被氧化,然后冷却。用0.5mL的硫酸试液湿润残渣,然后用同样的方式加热直至剩余物和剩余的硫酸都被挥发。最后在马弗炉中 $800^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 灼烧15min或更长时间,如果必要,在干燥器中干燥,然后称重。

注意:为了促进硫酸的挥发,可以在完全灼烧之前加入少许碳酸铵。

## 五、 索马甜

英文名称: Thaumatococcus

功能分类: 甜味剂

### (一) 使用范围和使用量

食品分类号	使用范围	最大使用量使用量/ (g/kg)
03.0	冷冻饮品	0.025
04.05.02	加工坚果与籽类	0.025
07.0	焙烤食品	0.025
11.04	餐桌甜味剂	0.025
14.0	饮料类(14.01 包装饮用水类除外)	0.025

### (二) 质量规格要求

#### 1. 生产工艺

通过水提取法从非洲竹箬(Thaumatococcus daniellii)成熟果实假种皮中分离获得的一种物质,由一系列相关的索马甜蛋白构成,最主要的是索马甜蛋白I(T<sub>I</sub>),其次是索马甜蛋白II(T<sub>II</sub>≤45%)。

#### 2. 性状

奶黄色到棕色粉状,具典型气味以及强烈甜味,溶于水。

#### 3. 技术要求

3.1 理化指标:应符合表1的规定。

表1 理化指标

项 目	指 标	检验方法
索马甜含量, w/%	≥ 93	附录 A 中 A.3
水分, w/%	≤ 9	GB 5009.3 食品中水分的测定(第一法)
比吸收率	11.5~13.0	附录 A 中 A.4
吸光度	≤ 0.2	附录 A 中 A.5
碳水化合物(干重), w/%	≤ 3	附录 A 中 A.6
硫酸盐灰分(干重), w/%	≤ 2	附录 A 中 A.7
总氮(干重), w/%	≥ 15.1	附录 A 中 A.8
PH(1%溶液)	2.5~4.0	SB/T10322-1999 《pH 测定法》
铝(Al) / (mg/kg)	≤ 100	附录 A 中 A.9
铅(Pb) / (mg/kg)	≤ 3	GB 5009.12 食品中铅的测定(第一法)

## 附录 A

### 1. 检验方法

#### A.1 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 和 GB/T 603 之规定制备。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

##### A.2.1 溶解性

极易溶于水。

##### A.2.2 高效液相色谱图对照

高效液相色谱图与附录 B 图 B.1 给出的索马甜高效液相典型色谱图一致。

##### A.2.3 pH

1%样品溶液的pH为2.5~4.0。

#### A.3 索马甜含量的测定

##### A.3.1 测定原理

用离子交换色谱法和紫外检测以外标校准法确定高效液相色谱含量。

##### A.3.2 试剂和材料

高效液相色谱级水。

##### A.3.3 仪器和设备

A.3.3.1 配有紫外-可见检测器的高效液相色谱仪,或类似仪器。

A.3.3.2 高效液相色谱柱, 8 x 75 mm, 8 $\mu$ m, 或类似色谱柱。

A.3.3.3 超声波浴。

A.3.3.4 分析天平。

A.3.3.5 用于高效液相色谱分析的2 mL自动进样器样品瓶。

A.3.3.6 10 mL, 50 mL 和 100 mL棕色容量瓶。

A.3.3.7 5 mL和10 mL 移液管。

A.3.3.8 0.45  $\mu$ m 针式过滤器。

##### A.3.4 色谱分析条件

推荐的色谱柱及典型操作条件见表 A.1。其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件均可使用。

表 A.1 色谱柱和典型色谱操作条件

色谱柱	高效液相色谱柱(8 x 75 mm,8 $\mu$ m)或类似色谱柱
柱温	25 $^{\circ}$ C
流动相	见 A.3.5.1
流动速度/( mL /min)	1.0

检测器检测波长/nm	279
进样量/ $\mu\text{L}$	20

### A. 3. 5 分析步骤

#### A. 3. 5. 1 流动相

A: 0.02M 磷酸钠缓冲液, pH 8.80 ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ )

B: 缓冲液 A + 1 M(mol/L) NaCl

时间 (min)	%A	%B
0	100	0
6	100	0
21	60	40
22	0	100
27	0	100
27.5	100	0
35	100	0

#### A. 3. 5. 2 公称压力

本方法允许的压力范围是4 Mpa $\pm$ 0.2 Mpa。

#### A. 3. 5. 3 系统适应性试验

##### A. 3. 5. 3. 1 步骤

用流动相平衡高效液相色谱系统至少10 min, 注入稀释液作为空白以确认无干扰峰及无拖尾现象, 把用不同量样品配制的5种溶液各注入一次, 确认各图谱中索马甜蛋白的峰面积以及保留时间, 如表A.2中所示。

表 A. 2 各组分的近似保留时间

组分名称	保留时间/min
索马甜 1	12.5
索马甜 2	13.0
索马甜 3	14.2

##### A. 3. 5. 3. 2 样品中各成分的线性度

确认样品溶液中索马甜的校正因子(峰面积对比样品中成份浓度), 各化合物的曲线校正因子不得小于0.995, 样品曲线的相对标准偏差百分比不得大于 2%。

#### A. 3. 5. 4 测定

##### A. 3. 5. 4. 1 索马甜标准品的校准曲线

精确称取约5 mg 索马甜标准品于 100 mL容量瓶内(标准溶液 A); 4 mg 索马甜标准品于 50 mL容量瓶内(标准溶液B); 5 mg 索马甜标准品于 10 mL容量瓶内(标准溶液C); 取标准溶液各5 mL于10 mL容量瓶内; 用水定容(标准溶液A<sub>1</sub>; B<sub>1</sub>; C<sub>1</sub>), 标准溶液A<sub>1</sub>; B<sub>1</sub>; C<sub>1</sub>以及线性标准溶液各进样20  $\mu\text{L}$ 。根据直线回归分析计算各成分的校准曲线, 按式 (A.1) :

$$A = a \times (c \times P) + b \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

A——各成份的峰面积;

c——各成份的浓度(g/L);

(=索马甜浓度 $\times$ 标准液中各成分的再分配比例 (%))

- a——回归直线斜率；
- b——回归直线的y轴截距；
- P——索马甜标准品的纯度。

**A. 3. 5. 4. 2 索马甜产品样品的制备**

饮料及粉末状提取物样品制备：精确称取约 100 mg 样品(根据样品中索马甜含量调整取样量)，用水稀释至 50 mL，超声波振荡10 min，再将其冷却至室温，用针式过滤器过滤至高效液相色谱样品瓶内并加盖。

**A. 3. 5. 5 计算结果**

**A. 3. 5. 5. 1 索马甜1，索马甜2，索马甜3的含量以T<sub>X</sub>计，数值以%表示，按式（A.2）计算：**

$$T_X\% = [A_X - b] / [a \times c] \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

- T<sub>X</sub>——索马甜1或索马甜2或索马甜3的含量（%）；
- A<sub>X</sub>——索马甜1或索马甜2或索马甜3的面积；
- c——各成份的浓度(g/L)；
- a——回归直线斜率；
- b——回归直线的y轴截距。

**A. 3. 5. 5. 2 索马甜的含量以T计，数值以%表示，按式（A.3）计算：**

$$T\% = T_1\% + T_2\% + T_3\% \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

- T——索马甜含量（%）；
- T<sub>1</sub>——索马甜1含量（%）；
- T<sub>2</sub>——索马甜2含量（%）；
- T<sub>3</sub>——索马甜2含量（%）。

**A. 4 比吸收率的测定**

**A. 4. 1 测定原理**

在最大波长(典型波长为279 nm)处进行分光光度法检测。

**A. 4. 2 试剂和材料**

- A. 4. 2. 1 浓盐酸，分析纯。**
- A. 4. 2. 2 去矿物质/去离子水（相当于GB6682中的二级水）。**

**A. 4. 3 仪器和设备**

- A. 4. 3. 1 双光束紫外/可见分光光度计。**
- A. 4. 3. 2 光路为10 mm的石英比色皿。**
- A. 4. 3. 3 容量瓶。**
- A. 4. 3. 4 移液管。**
- A. 4. 3. 5 分析天平。**
- A. 4. 3. 6 巴氏移液管。**
- A. 4. 3. 7 pH 计。**

**A. 4. 4 分析步骤**

**A. 4. 4. 1 用去矿物质/去离子水(相当于GB6682中的二级水)做空白液，盐酸调pH值至2.5。**



- A. 4. 4. 2 打开分光光度计，预热10 min。
- A. 4. 4. 3 精确称取约0.5 g索马甜于50 mL容量瓶中，用适量的已用盐酸调pH值至2.5的去矿物质/去离子水(相当于GB6682中的二级水)溶解，用巴氏移液管补加并准确定容至50 mL。
- A. 4. 4. 4 取5 mL索马甜样品溶液于100 mL容量瓶中，用空白溶液定容。
- A. 4. 4. 5 将空白样品置于样品比色皿和参比比色皿中，在250 nm~300 nm间对分光光度计进行背景校正。
- A. 4. 4. 6 将空白液从样品比色皿中倒出，用少量稀释过的索马甜溶液冲洗比色皿，之后加入稀释过的索马甜样品溶液，在279 nm附近的主峰处读取吸光度数据。

**A. 4. 5 计算结果**

吸收度按式 (A.4) 计算：

$$S = \frac{C \times 20 (\text{稀释倍数}) \times 100}{(100 - W) \times WCF} \dots\dots\dots (A.4)$$

其中

$$WCF = \frac{W_T}{0.5g} \dots\dots\dots (A.5)$$

式中：

- S——吸收度；
- C——0.05%，索马甜吸收率；
- W——索马甜水分含量（%）；
- WCF——重量校正因子，按式 (A.5) 计算；
- W<sub>T</sub>——实际使用的索马甜样品质量(g)。

**A. 5 吸光度的测定**

**A. 5. 1 试剂和材料**

浓盐酸，分析纯。

**A. 5. 2 仪器和设备**

- A. 5. 2. 1 双光束紫外/可见分光光度计。
- A. 5. 2. 2 光路长为10 mm的石英比色皿。
- A. 5. 2. 3 50 mL 容量瓶。
- A. 5. 2. 4 分析天平。
- A. 5. 2. 5 巴氏移液管。
- A. 5. 2. 6 pH计。

**A. 5. 3 分析步骤**

- A. 5. 3. 1 用去矿物质/去离子水做空白液，盐酸调pH值至2.5。
- A. 5. 3. 2 打开分光光度计，预热10 min。
- A. 5. 3. 3 精确称取约0.5 g索马甜于50 mL容量瓶中，用适量的已用盐酸调pH值至2.5的去矿物质/去离子水溶解，用巴氏移液管补加并准确定容至50 mL。
- A. 5. 3. 4 将空白样品置于样品比色皿和参比比色皿中，在300 nm~600 nm间对分光光度计进行背景校正。

A. 5. 3. 5 将空白液从样品比色皿中倒出，用少量索马甜溶液冲洗比色皿，之后加入索马甜溶液，读取分光光度计吸光数值 ( $A_{420}$ )。

#### A. 5. 4 计算结果

吸光度按式 (A.6) 计算：

$$C \quad A (A_{420}) \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.6) \\ (E_{10\text{mm}}^{1\%} 420\text{nm}) = \frac{\quad}{(100 - W) \times \text{WCF}}$$

式中：

C——吸光度；

A——1% 索马甜样品的吸收率；

W——索马甜水分含量 (%) ；

WCF——重量校正因子，按式 (A.5) 计算。

### A. 6 碳水化合物的测定

#### A. 6. 1 试剂和材料

A. 6. 1. 1 硫酸。

A. 6. 1. 2 L-半胱氨酸盐酸一水合物。

A. 6. 1. 3 盐酸。

#### A. 6. 2 仪器和设备

A. 6. 2. 1 双光束紫外/可见分光光度计。

A. 6. 2. 2 光路长为10 mm的1 mL一次性塑料半微量比色皿。

A. 6. 2. 3 75 ×10 mm一次性试管。

A. 6. 2. 4 50 mL容量瓶。

A. 6. 2. 5 50 mL量筒。

A. 6. 2. 6 100 mL锥形烧瓶。

A. 6. 2. 7 50 mL容量瓶。

A. 6. 2. 8 旋涡混合机。

A. 6. 2. 9 电加热水浴。

A. 6. 2. 10 1 mL可调容积的吸管。

A. 6. 2. 11 吸头盒。

A. 6. 2. 12 分析天平。

A. 6. 2. 13 巴氏移液管。

A. 6. 2. 14 pH计。

#### A. 6. 3 标准曲线制备

用0.2 mL的10 mg/mL~100 mg/mL的葡萄糖溶液按上述方法检测，制备标准曲线。根据此标准曲线计算碳水化合物含量。

#### A. 6. 4 分析步骤

A. 6. 4. 1 用硫酸制备86% (v/v) 硫酸溶液。

A. 6. 4. 2 制备3% (w/v) L-半胱氨酸盐酸一水合物水溶液。

A. 6. 4. 3 打开分光光度计预热10 min。调整仪器设置以检测412 nm处的吸光度。

A. 6. 4. 4 精确称取约0.2 g索马甜于100 mL容量瓶中,用适量的去矿物质/去离子水(pH值2.5)溶解,用巴氏移液管补充并准确定容至100 mL。

注:准确定容至50 mL前不要摇动容量瓶溶解索马甜。

A. 6. 4. 5 打开水浴加热至沸腾。

A. 6. 4. 6 使用前配制半胱氨酸-硫酸试剂,配制方法为:取 0.5 mL3% (w/v) L-半胱氨酸盐酸一水合物溶液与25 mL86% (v/v) 硫酸在100 mL锥形烧瓶中混合。在冰浴中冷却。

A. 6. 4. 7 取0.2 mL索马甜溶液于一次性试管内,制备一套四个索马甜样品。

A. 6. 4. 8 用0.2 mL去矿物质/去离子水 (pH2.5) 制备一套空白液。.

A. 6. 4. 9 用吸管向空白和样品中各加1.2 mL冰半胱氨酸-硫酸试剂,用旋涡混合机彻底混匀,在冰中放置2min后移至室温放置3min,之后浸入沸水中3min。

A. 6. 4. 10 空白液和样品溶液在冰中冷却5min。

A. 6. 4. 11 将空白液置于样品比色皿和参比比色皿对分光光度计调零。

A. 6. 4. 12 拿出含空白液的样品比色皿,另放入一个含索马甜样品的比色皿,读取吸光度数值 (E412)。重复检测每套的样品取平均值。

## A. 7 硫酸灰分的测定

### A. 7. 1 试剂和材料

浓硫酸,分析纯。

### A. 7. 2 仪器和设备

A. 7. 2. 1 铂坩埚。

A. 7. 2. 2 干燥器。

A. 7. 2. 3 坩埚钳。

### A. 7. 3 分析步骤

A. 7. 3. 1 精确称取约1.0 g样品于已预先灼烧、冷却并称重的铂坩埚内,每个样品分三份检测。

A. 7. 3. 2 向每个坩埚内加入约40滴浓硫酸。

A. 7. 3. 3 将坩埚置于处于低温的熔炉内,在4 h~5 h内逐渐升温至550 °C ±10 °C,在该温度范围维持约5 h。

A. 7. 3. 4 取出坩埚,待冷却后向残留物中再加入5滴浓硫酸。炉温降至100 °C以下时,再将坩埚置于炉内,在3 h~4 h内缓慢升温至550 °C左右,维持1 h。

A. 7. 3. 5 将坩埚取出置于干燥器内,冷却后重新称重,计算每一份样品的硫酸灰份残渣重量。

### A. 7. 4 计算结果

硫酸灰分含量以A计,数值以%表示,按式 (A.7) :

$$A\% = \frac{W_A \times 100\%}{W_B} \dots\dots\dots (A.7)$$

式中:

A——硫酸灰分含量(%);

W<sub>A</sub>——硫酸灰分重量;

W<sub>B</sub>——索马甜水分含量 (%)。

注：该结果未对样品进行水份含量校正，如报告“以干品计”，则必须进行相应的校正。

## A. 8 总氮的测定

### A. 8.1 分析步骤

A. 8.1.1 精确称取约0.5 g索马甜于已配衡无灰滤纸上，仔细折叠滤纸以包好样品，之后倒入烧瓶中，向烧瓶内加少许防崩沸颗粒、2片硒催化剂及20 mL硫酸。

A. 8.1.2 将烧瓶置于消化单元内加热约2 h，直至内容物变成灰白或不透明。

A. 8.1.3 关掉仪器冷却15 min，从消化单元移走烧瓶，冷却至室温，加约10 mL冲洗烧瓶壁。

A. 8.1.4 将烧瓶置于蒸汽蒸馏单元，加入足量的32% NaOH溶液中和剩余的酸，蒸汽蒸馏4 min，馏出物进入预先加入40 mL的2%硼酸溶液和6滴甲基红屏蔽指示剂的锥形烧瓶。

A. 8.1.5 用已知浓度的稀盐酸滴定馏出物至刚好粉红色，盐酸浓度约为25 M (mol/L)

### A. 8.2 计算结果

总氮含量以P计，数值以%表示，按式 (A.8) 计算：

$$N\% = \frac{P\%}{6.25} \dots\dots\dots (A.8)$$

其中 
$$P\% = \frac{14.007 \times 6.25 \times M_A \times 100 \times T}{W}$$

式中：

N——氮含量(%)；

P——蛋白质含量 (%)；

M<sub>A</sub>——酸的摩尔浓度(mol/L)；

T——滴定量(mL)；

W——样品质量 (mg)。

## A. 9 铝的测定

### A. 9.1 使用范围和领域

A. 9.1.1 本标准检测方法详细列出了原子吸收光谱法检测铝含量的步骤。

A. 9.1.2 本方法适用于检测液体和固体样品。

### A. 9.2 测定原理

从样品中精确称取部分有代表性的样品先用本生灯灰化，再放入约500℃的马弗炉中，残渣用浓盐酸溶解，用原子吸收光谱法检测铝含量。

### A. 9.3 试剂和材料

A. 9.3.1 盐酸。

A. 9.3.2 10% v/v 盐酸：用蒸馏水将浓盐酸稀释10倍（量筒的精确度即可）。配好的试剂应储存于玻璃容器中，保质期为6个月。

A. 9.3.3 氯化镧。

A. 9.3.4 2% w/v氯化镧溶液：用5% v/v的盐酸溶解26.8 g氯化镧并稀释至500 mL。配好的试剂应储存于玻璃容器中，保质期为3个月。

A. 9.3.5 1000 mg/L ± 5 mg/L铝标准液（原子吸收光谱法用标准溶液）。

#### A. 9. 4 仪器和设备

- A. 9. 4. 1 石英坩埚。
- A. 9. 4. 2 分析天平。
- A. 9. 4. 3 本生灯、石棉替代垫、三角架和陶制三角架。
- A. 9. 4. 4 马弗炉运行温度 $500\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 。
- A. 9. 4. 5 量筒。
- A. 9. 4. 6 容量瓶。
- A. 9. 4. 7 配聚乙烯螺纹盖的聚乙烯瓶。
- A. 9. 4. 8 原子吸收分光光度计或类似仪器。

#### A. 9. 5 分析步骤

##### A. 9. 5. 1 固体样品的测定用样品溶液制备

- A. 9. 5. 1. 1 对样品进行均质处理。
- A. 9. 5. 1. 2 精确称取不低于5 g样品于石英坩埚内，样品重量精确到0.1 mg，同时用空石英坩埚做空白样品进行检测。
- A. 9. 5. 1. 3 将坩埚放在电炉上加热以除去水分，之后用小火加热直至内容物完全碳化。
- A. 9. 5. 1. 4 将坩埚移至马弗炉中，在 $500^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 灰化4 h~24 h，直至样品灰化成为浅灰色/白色。
- A. 9. 5. 1. 5 冷却后加入10 mL蒸馏水(足够湿润灰份)和5.0 mL浓盐酸。盖上表面皿在蒸汽浴中加热30 min。
- A. 9. 5. 1. 6 冷却后用蒸馏水将坩埚内容物移入50 mL容量瓶中。用移液管加入约5 mL的2%氯化镧溶液。稀释定容并混匀。

##### A. 9. 5. 2 加标样品制备

- A. 9. 5. 2. 1 精确称取不低于5 g样品于石英坩埚内，样品重量精确到0.1 mg，加入1 mL的1000 mg/L铝标准溶液。根据A.9.6.2描述的方法计算回收率。

注：根据样品基质中铝含量可能需调整加标量。

- A. 9. 5. 2. 2 重复A.9.5.1.3及后续步骤进行制备。

##### A. 9. 5. 3 液体样品的测定用样品溶液制备

- A. 9. 5. 3. 1 用移液管量取适量的样品于50 mL容量瓶中。用移液管加入约5 mL的2%氯化镧溶液，用10% v/v盐酸稀释定容。
- A. 9. 5. 3. 2 本测定用样品溶液中铝含量应低于1.0 mg/L。
- A. 9. 5. 3. 3 用10% v/v盐酸做空白样品。

##### A. 9. 5. 4 制备质量控制溶液

- A. 9. 5. 4. 1 向100 mL容量瓶中移入300  $\mu\text{L}$ 的1000 mg/L  $\pm 5$  mg/L铝标准液。用10% v/v盐酸稀释定容，得3.0 mg/L铝标准液。
- A. 9. 5. 4. 2 该3.0 mg/L铝标准液应该与测定用样品溶液同时新鲜配制。

##### A. 9. 5. 5 制备标准曲线溶液

- A. 9. 5. 5. 1 标准空白溶液。
- A. 9. 5. 5. 2 向200 mL容量瓶中移入10 mL的2%氯化镧溶液，用10% v/v盐酸稀释定容。
- A. 9. 5. 5. 3 校正用标准溶液 1
- A. 9. 5. 5. 4 向1 L容量瓶中移入1.0 mL的1000 mg/L铝标准溶液，用移液管加入100 mL的2%氯化镧溶液，用10% v/v盐酸稀释定容，得1.0 mg/L铝标准溶液。
- A. 9. 5. 5. 5 校正用标准溶液 2

A. 9. 5. 5. 6 向500 mL容量瓶中移入1.0 mL的1000 mg/L铝标准溶液，用移液管加入50 mL的2%氯化镧溶液，用10% v/v盐酸稀释定容，得2.0 mg/L铝标准溶液。

A. 9. 5. 5. 7 校正用标准溶液 3

A. 9. 5. 5. 8 向1 L容量瓶中移入3.0 mL的1000 mg/L铝标准溶液，用移液管加入100 mL的2%氯化镧溶液，用10% v/v盐酸稀释定容，得3.0 mg/L铝标准溶液。

A. 9. 5. 5. 9 校正用标准溶液 4

A. 9. 5. 5. 10 向500 mL容量瓶中移入2.0 mL的1000 mg/L铝标准溶液，用移液管加入100 mL的2%氯化镧溶液。用10% v/v盐酸稀释定容，得4.0 mg/L铝标准溶液。

A. 9. 5. 5. 11 校正用标准溶液 5

A. 9. 5. 5. 12 向1 L容量瓶中移入5.0 mL的1000 mg/L铝标准溶液，用移液管加入100 mL的2%氯化镧溶液，用10% v/v盐酸稀释定容，得5.0 mg/L铝标准溶液。

A. 9. 5. 5. 13 标准空白和校正用标准溶液应该存放于配聚乙烯螺纹盖的聚乙烯瓶中保存。

#### A. 9. 5. 6 分析步骤

A. 9. 5. 6. 1 使用原子吸收分光光度计进行检测分析，制备标准曲线。

A. 4. 4. 1. 1. 1 注：重复进行仪器校正直到每次测得的校正含量的平均值在铝含量的± 10%以内。

校正标准	标准含量	限度
1	1.0 mg/L	0.9 - 1.1 mg/L
2	2.0 mg/L	1.8 - 2.2 mg/L
3	3.0 mg/L	2.7 - 3.3 mg/L
4	4.0 mg/L	3.6 - 4.4 mg/L
5	5.0 mg/L	4.5 - 5.5 mg/L
曲线相关系数不低于0.998		

#### A. 9. 6 计算结果

A. 9. 6. 1 铝含量以X计，计算按式 (A.9) 计算：

$$X = \frac{ND \times V}{W} \dots\dots\dots (A.9)$$

式中：

X——铝含量 (mg/kg) ；

N——仪器读数 (mg/L) ；

D——稀释倍数；

V——样品体积 (L) ；

W——样品质量 (kg) 。

A. 9. 6. 2 铝回收率以R计，数值以%表示，计算按式 (A.10) 计算：

$$R\% = \frac{S_1 - S_2}{A} \times 100 \dots\dots\dots (A.10)$$

其中

$$A = \frac{V}{W} \times C$$

式中：

R——回收率，（%）；

S<sub>1</sub>——加标样品结果；

S<sub>2</sub>——样品结果；

A——加标物的含量，（mg/kg）；

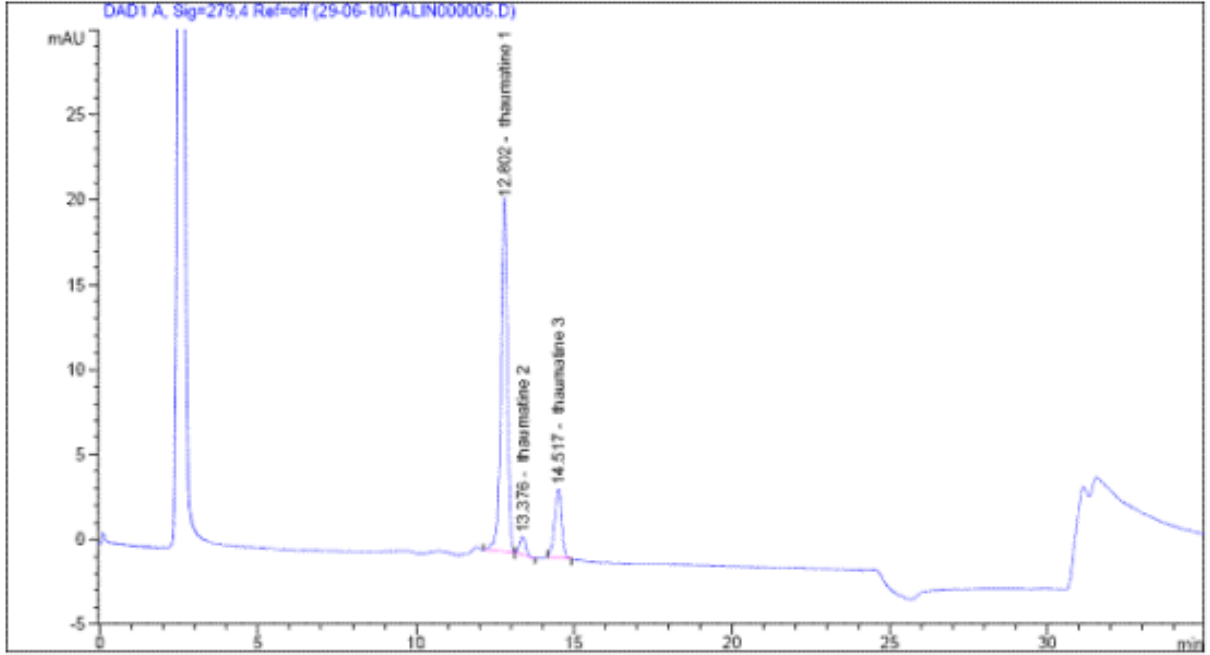
V——加标物的体积，（mL）；

W——样品的质量，（kg）；

C——加标物的浓度，（mg/mL）。

附录 B

索马甜高效液相典型色谱图



图B.1 索马甜高效液相色谱图



## 六、 酵母β-葡聚糖

英文名称: yeast *beta*-glucan

功能分类: 营养强化剂

### (一) 使用范围和使用量:

食品名称	使用量 (g/kg)
较大婴儿和幼儿配方食品 (仅限幼儿配方粉)	0.21~0.67
调制乳粉 (仅限儿童用乳粉)	0.21~0.67

### (二) 质量规格要求

#### 1. 生产工艺

以面包酵母 (*Saccharomyces cerevisiae*) 为原料, 经过酵母培养和提取、碱处理、酸处理、灭菌处理和 PH 值调节、喷雾干燥等几个关键加工步骤, 生产得到的高浓度 β-1,3-葡聚糖 (≥75%) 为主要成分的酵母 β-葡聚糖。

#### 2. 技术要求

2.1 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	浅黄色/黄褐色粉末	取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中, 在自然光线下, 观察其色泽和状态, 并尝其味
滋味	特有的很淡的气味和味道	
状态	粉末	

2.2 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
β-1,3/1,6-葡聚糖, w/%	≥ 75	附录 A中A.1
总碳水化合物, w/%	≥ 75	总碳水化合物(%)=100-蛋白质(%)-脂肪(%)-水分(%)-灰分(%)
蛋白质, w/%	≤ 3.5	GB 5009.5
脂肪, w/%	≤ 10	GB/T 5009.6
水分, w/%	≤ 8	GB 5009.3
灰分, w/%	≤ 3	GB 5009.4
铅 (Pb) / (mg/kg)	≤ 0.5	GB 5009.12
砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 1	GB/T 5009.11
汞(以 Hg 计)/(mg/kg)	≤ 0.05	GB/T 5009.17

2.3 微生物指标：应符合表 3 的规定。

表 3 微生物指标

项 目	采样方案 <sup>a</sup> 及限量（若非指定，均以CFU/g 表示）				检验方法
	n	c	m	M	
菌落总数	5	2	10000	50000	GB 4789.2
大肠菌群	5	2	3	10	GB 4789.3 平板计数法
金黄色葡萄球菌	5	0	0/25 g	-	GB 4789.10 平板计数法
沙门氏菌	5	0	0/25 g	—	GB 4789.4
<sup>a</sup> 样品的分析及处理按GB 4789.1和GB 4789.18执行。					

## 附录 A

### 检验方法

#### A.1 $\beta$ -葡聚糖的测定方法

##### A.1.1 方法提要

本方法确定了测定  $\beta$ -葡聚糖的标准操作程序，适用于测定分子量 $\geq 10$ kD 的可溶性和不可溶性酵母  $\beta$ -葡聚糖。

##### A.1.2 试剂和材料

A.1.2.1 1 mg/mL 葡萄糖储存液：100 mg 葡萄糖溶于蒸馏水中至 100 mL。

A.1.2.2 蒸馏水。

A.1.2.3 硫酸。

A.1.2.4 溶壁酶。

A.1.2.5 5% 酚溶液：5 g 酚溶于 100 mL 蒸馏水中。

A.1.2.6 10 $\times$  N-三(羟甲基)甲基-2-氨基乙磺酸 (三羟甲基氨基甲烷/生理盐水/乙二胺四乙酸) 溶液 (TES 溶液)：蒸馏水 10 倍稀释成 1 $\times$  N-三(羟甲基)甲基-2-氨基乙磺酸。

##### A.1.3 仪器和设备

A.1.3.1 分析天平 (万分之一)。

A.1.3.2 离心机。

A.1.3.3 混旋器。

A.1.3.4 加样枪。

A.1.3.5 酶标仪。

A.1.3.6 水浴锅 (50 $^{\circ}$ C $\pm$ 5 $^{\circ}$ C)。

A.1.3.7 超声处理器 ( $\geq 1000$  瓦)。

A.1.3.8 磁力搅拌器。

A.1.3.9 玻璃试管。

A.1.3.10 1.5 mL 离心管。

A.1.3.11 1.5 mL 超滤管。

A.1.3.12 96 孔酶标管。

##### A.1.4 试验步骤

A.1.4.1 用分析天平准确称取 100 mg 样品溶于 10 $\times$  N-三(羟甲基)甲基-2-氨基乙磺酸溶液中，定容至 10 mL，因此，溶液的浓度为 10 mg/mL；

A.1.4.2 于 50  $^{\circ}$ C 水浴锅孵育 60 min~120 min；

A.1.4.3 用混旋器充分振摇后，在超声处理器中超声处理 5 min；

A.1.4.4 将样品 10 倍稀释 (取 400  $\mu$ l 样品加入 3.6 mL 蒸馏水中)；

A.1.4.5 按下表依次在相应的试管中加入样品或试剂：

	A	A	A	B	B	C	C	C	E
样品 ( $\mu$ l)	300	300	300	300	300	300	300	300	-
1 $\times$ N-三(羟甲基)甲基-2-氨基乙磺酸 ( $\mu$ l)	40	40	40	40	40	-	-	-	300

溶壁酶 (μl)	-	-	-	-	-	20	20	20	40
溶壁酶 (μl, 2h 后)	-	-	-	-	-	20	20	20	-

注: A: 参照管, 加好样品后置于冰箱过夜; B: 溶剂空白管, 50 °C 水浴锅孵育过夜; C: 样品管, 50 °C 水浴锅孵育过夜; E: 酶液空白管, 50 °C 水浴锅孵育过夜。

A. 1. 4. 6 B、C、E 管孵育完成后, 充分振摇, 14000 rpm 离心, 各取 200 μl 上清液, 不同管的 B、C、E 分别混匀在一起;

A. 1. 4. 7 再取 200 μl 混匀的 B、C、E, 用超滤管进行过滤;

A. 1. 4. 8 单独加 200 μl 蒸馏水至盛 C 的超滤管中 (稀释 1 倍), 离心 6 min;

A. 1. 4. 9 将 A 管从冰箱中取出, 室温孵育;

A. 1. 4. 10 按下表配制葡萄糖标准系列:

	标准系列						
	0	0.1	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0
蒸馏水 (mL)	1	0.9	0.8	0.6	0.4	0.2	0
葡萄糖储存液 (mL)	0	0.1	0.2	0.4	0.6	0.8	1

A. 1. 4. 11 酚/硫酸反应: 如 A.1.4.5 所示, 准备并标注不同的试管 (A、B、C、E 和标准), 首先向各试管中加入 600 μl 酚溶液, 而后按要求加入 40 μl 样品 (A.1.4.7 和 A.1.4.8) 或标准 (A.1.4.10), 而后加入 2 mL 浓硫酸, 室温孵育 15 min, 振摇后继续孵育至少 5 min (不超过 4 h);

A. 1. 4. 12 将上述样品 (或标准) 按要求加入 96 孔酶标板中, 于酶标仪 490 nm 波长测相应的 OD 值。

#### A. 1. 5 计算

根据标准浓度和相应的 OD 值做标准曲线, 根据各样品的 OD 值, 计算相应的浓度, 按照下列公式计算:

$$\text{酵母 } \beta\text{-葡聚糖在样品中的含量 (\%)} = (\text{C} \times 2 - \text{B} - \text{E}) / \text{溶液浓度}$$

式中:

C——样品管的浓度 (mg/mL);

2——稀释倍数 (见步骤 A.1.4.8);

B——溶剂空白管管的浓度 (mg/mL);

E——酶液空白管的浓度 (mg/mL);

溶液浓度——10 mg/mL (见步骤 A.1.4.1)。

#### A. 1. 6 质量控制

在以下两种情况下, 重新进行测定: 样品中酵母  $\beta$ -葡聚糖的含量  $\geq$  参照值 (A 管); B 管 (溶剂空白)  $\geq 0.05$  mg/mL。

## 七、 $\alpha$ -环状糊精

英文名称： $\alpha$ -Cyclodextrin (Alpha-Cyclodextrin)

功能分类：稳定剂、增稠剂

### (一) 使用范围和使用量

在各类食品（除外 GB 2760-2011 中表 A.3 所列的食品类别）中按生产需要适量使用。

### (二) 质量规格要求

#### 1 生产工艺

淀粉经酶处理制得 $\alpha$ -环状糊精。

#### 2 技术要求

2.1 感官要求：应符合表 1 的规定。

2.表 1 感官要求

项 目	指 标	检验方法
滋味、气 味	微甜、无异味	将 10 g 试样置于白糖瓷盘内，于光线充足、无异味的环境中
色 泽	白色	
性 状	结晶或结晶性粉末	
杂 质	无肉眼可见的外来杂质	

2.2 理化指标：应符合表 2 的规定。

3.表 2 理化指标

项 目	指 标	检验方法
$\alpha$ -环状糊精 ( $C_{36}H_{60}O_{30}$ ，以干基计)， w/%	$\geq$ 98.0	附录 A 中 A.1
水分，w/%	$\leq$ 11.0	GB 5009.3
炽灼残渣，w/%	$\leq$ 0.1	《中华人民共和国药典》(2010 版)附录 IX J “炽灼残渣检查法”，炽灼温度 500 °C~600 °C
比旋度 $[\alpha]^{20}_D$	$+148^{\circ}\pm 3$	按《中华人民共和国药典》(2010 版)附录 VII E “旋光度测定法”
还原糖，w/%	$\leq$ 0.2	附录 A 中 A.2
重金属/(mg/kg)	$\leq$ 5.0	《中华人民共和国药典》(2010 版)“重金属检查法”方法中第一法
铅 (Pb) /(mg/kg)	$\leq$ 0.5	GB 5009.12

2.3 微生物指标：应符合表 3 的规定。

4.表 3 微生物指标

菌落总数，(CFU/g)	$\leq$	1000	GB 4789.2
大肠菌群，(MPN/100g)	$\leq$	40	GB 4789.3
霉菌，(CFU/g)	$\leq$	25	GB 4789.15
酵母，(CFU/g)	$\leq$	25	GB 4789.15
致病菌(沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌和溶血性链球菌)		0/25 g	GB 4789.4、GB/T 4789.5、GB 4789.10、GB/T 4789.11

## 附录 A

### 检验方法

#### A.1 $\alpha$ -环状糊精

##### A.1.1 仪器和设备

高效液相色谱仪：附示差折光率检测器。

##### A.1.2 试剂和材料

A.1.2.1  $\alpha$ -环状糊精标准品。

A.1.2.2  $\gamma$ -环状糊精标准品。

A.1.2.3 甲醇（色谱纯）。

A.1.2.4 水为重蒸水。

##### A.1.3 色谱条件

A.1.3.1 色谱柱：C18、C8、苯基柱等反相色谱柱（5  $\mu\text{m}$ ，150 mm $\times$ 4.6 mm）。

A.1.3.2 检测器温度：40  $^{\circ}\text{C}$ 。

A.1.3.3 分析柱温度：30  $^{\circ}\text{C}$ 。

A.1.3.4 流动相：水-甲醇（93：7），如需，可作调整。

A.1.3.5 流速：1.0 mL/min。

A.1.3.6 进样量：20  $\mu\text{L}$ 。

##### A.1.4 分析步骤

###### A.1.4.1 溶液的配制

A.1.4.1.1 标准溶液：准确称取适量的 $\alpha$ -环状糊精，加水溶解，并稀释至浓度约1.0 mg/mL的标准溶液（以干基计）。

A.1.4.1.2 分析储备溶液：准确称取250 mg样品（以干基计），置25 mL量瓶中，加水适量，加热溶解，取出，冷却，用水稀释至刻度。

A.1.4.1.3 分析溶液：精密移取5.0 mL分析储备液，置50 mL量瓶中，用水稀释至刻度。

A.1.4.1.4 系统适用性溶液：准确称取适量的 $\alpha$ -环状糊精、 $\gamma$ -环状糊精，加水溶解，得到浓度约0.5 mg/mL的 $\alpha$ -环状糊精和0.5 mg/mL的 $\gamma$ -环状糊精溶液（均以干基计）。

###### A.1.4.2 系统适用性试验

按上述色谱条件，分别注入上述系统适用性溶液，记录3.5倍 $\alpha$ -环状糊精出峰时间的色谱图， $\alpha$ -环状糊精色谱峰和 $\gamma$ -环状糊精色谱峰之间的分辨率R不得少于1.5。两者色谱峰的拖尾因子在0.8~2.0间。重复进样，色谱峰峰面积的相对标准偏差不得大于2.0%。

###### A.1.4.3 测定

分别吸取20  $\mu\text{L}$   $\alpha$ -环状糊精的标准溶液和分析溶液注入色谱仪分析测定，记录峰面积。

###### A.1.4.4 计算

$$X = \frac{A_1 \times C \times V \times n}{A_2 \times W \times (1-a)} \times 100\%$$

式中：

X——试样中 $\alpha$ -环状糊精的含量，%；

$A_1$ ——分析溶液中 $\alpha$ -环状糊精的峰面积；

$A_2$ ——标准溶液中 $\alpha$ -环状糊精的峰面积；

C——标准溶液中 $\alpha$ -环状糊精的浓度；mg/mL；

$V$ ——分析储备液的体积, mL;

$N$ ——稀释倍数;

$a$ ——试样的含水量, %;

$W$ ——试样的称样重, mg;

计算结果保留三位有效数字。

## A. 2 还原糖的测定

### A. 2. 1 仪器和设备

分光光度计。

### A. 2. 2 试剂和材料

A. 2. 2. 1 铜溶液: 称取 15 g 硫酸铜, 置 100 mL 量瓶中, 加水溶解, 并稀释至刻度。

A. 2. 2. 2 酒石酸溶液: 称取 2.5 g 无水碳酸钙, 2.5 g 酒石酸钠钾, 2.0 g 碳酸氢钠、20 g 无水硫酸钠, 置 100 mL 量瓶中, 加水溶解, 并稀释至刻度。

A. 2. 2. 3 酒石酸铜溶液: 使用前, 取铜溶液-酒石酸溶液按 1: 25 混合均匀。

A. 2. 2. 4 钼酸铵试剂: 移取 6% 磷酸氢二钠溶液 10 mL, 10% 钼酸铵溶液 50 mL, 稀硫酸 90 mL, 加水稀释至 200 mL。

### A. 2. 3 试验步骤

A. 2. 3. 1 分析溶液: 准确称量 1.0 g  $\alpha$ -环状糊精 (以干基计), 置 100 mL 量瓶中, 加入前期加热冷却至室温的水, 溶解, 并稀释至刻度。精密移取 1 mL 该溶液, 加入 1 mL 酒石酸铜溶液, 水浴加热 10 min, 冷却至室温, 再加入 10 mL 钼酸铵试剂, 静置 15 min。

A. 2. 3. 2 标准储备溶液: 准确称取葡萄糖 (以干基计) 20 mg, 加水溶解, 配制成浓度为 20 mg/L 的标准储备溶液。

A. 2. 3. 3 标准溶液: 取标准储备液 1 mL, 加入 1 mL 酒石酸铜溶液, 按分析溶液方法制备。  
(1 mL 标准储备液相当于 1.0 g  $\alpha$ -环状糊精试样)

A. 2. 3. 4 测定: 取分析溶液和标准溶液, 用分光光度计在最大吸收波长 740 nm 处, 测定两者的吸光度, 分析溶液的吸光度不得大于标准溶液 (0.2%)。

---

## 八、 $\gamma$ -环状糊精

英文名称： $\gamma$ -Cyclodextrin (Gamma-Cyclodextrin)

功能分类：稳定剂、增稠剂

### (一) 使用范围和使用量

在各类食品（除外 GB 2760-2011 中表 A.3 所列的食品类别）中按生产需要适量使用。

### (二) 质量规格要求

#### 1 生产工艺

淀粉经酶处理而制得的  $\gamma$ -环状糊精。

#### 2 性状

白色结晶或结晶性粉末，微甜、无异味，无肉眼可见的外来杂质。

#### 3 技术要求

3.1 理化指标：应符合表 1 的规定。

5.表 1 理化指标

项 目	指 标	检验方法
$\gamma$ -环状糊精含量 ( $C_{48}H_{80}O_{40}$ ，以干基计)，w/%	$\geq$ 98.0	附录 A 中 A.1
水分，w/%	$\leq$ 11.0	GB 5009.3
炽灼残渣，w/%	$\leq$ 0.1	《中华人民共和国药典》(2010 版)附录 IX J“炽灼残渣检查法”，炽灼温度 500℃~600℃
比旋度 $[\alpha]^{20}_D$	+173°~+180°	《中华人民共和国药典》(2010 版)附录 VII E“旋光度测定法”
还原糖，w/%	$\leq$ 0.5	附录 A 中 A.2
重金属/(mg/kg)	$\leq$ 5	《中华人民共和国药典》(2010 版)规定的“重金属检查法”方法中第一法
铅 (Pb) /(mg/kg)	$\leq$ 0.5	GB 5009.12

3.2 微生物指标：应符合表 2 的规定。

6.表 2 微生物指标

项 目	指 标	检验方法
菌落总数, CFU/g	$\leq$ 1000	GB 4789.2
大肠菌群, MPN/100g	$\leq$ 40	GB 4789.3
霉菌, CFU/g	$\leq$ 25	GB 4789.15
酵母, CFU/g	$\leq$ 25	GB 4789.15
致病菌(沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌和溶血性链球菌)	0/25g	GB 4789.4、GB/T 4789.5、GB 4789.10、GB/T 4789.11



## 附录 A

### 检验方法

#### A.1 $\gamma$ -环状糊精含量的测定

##### A.1.1 仪器和设备

高效液相色谱仪：附示差折光率检测器。

##### A.1.2 试剂和材料

$\alpha$ -环状糊精标准品、 $\gamma$ -环状糊精标准品；甲醇（色谱纯）；水为重蒸水。

##### A.1.3 色谱条件

A.1.3.1 色谱柱：C18、C8、苯基柱等反相色谱柱（5  $\mu$ m, 150 mm $\times$ 4.6 mm）。

A.1.3.2 检测器温度：40  $^{\circ}$ C。

A.1.3.3 分析柱温度：30  $^{\circ}$ C。

A.1.3.4 流动相：水-甲醇（93:7），如需，可作调整。

A.1.3.5 流速：1.0 mL/min。

A.1.3.6 进样量：20  $\mu$ L。

##### A.1.4 分析步骤

###### A.1.4.1 溶液的配制

A.1.4.1.1 标准溶液：准确称取适量的  $\gamma$ -环状糊精，加水溶解，并稀释至浓度约 1.0 mg/mL 的标准溶液（以干基计）。

A.1.4.1.2 分析储备溶液：准确称取 250 mg 样品（以干基计），置 25 mL 量瓶中，加水适量，加热溶解，取出，冷却，用水稀释至刻度。

A.1.4.1.3 分析溶液：精密移取 5.0 mL 分析储备液，置 50 mL 量瓶中，用水稀释至刻度。

A.1.4.1.4 系统适用性溶液：准确称取适量的  $\alpha$ -环状糊精、 $\gamma$ -环状糊精，加水溶解，得到浓度约 0.5 mg/mL 的  $\alpha$ -环状糊精和 0.5 mg/mL 的  $\gamma$ -环状糊精溶液（均以干基计）。

###### A.1.4.2 系统适用性试验

按上述色谱条件，分别注入上述系统适用性溶液， $\alpha$ -环状糊精色谱峰和  $\gamma$ -环状糊精色谱峰之间的分辨率  $R$  不得少于 1.5。两者色谱峰的拖尾因子在 0.8-2.0 间。重复进样，色谱峰峰面积的相对标准偏差不得大于 2.0%。

###### A.1.4.3 样品测定

分别吸取 20  $\mu$ L  $\gamma$ -环状糊精的标准溶液和分析溶液注入色谱仪分析测定，记录峰面积。

###### A.1.4.4 计算公式

$$X = \frac{A_1 \times C \times V \times n}{A_2 \times W \times (1-a)} \times 100\%$$

式中：

$X$ ——试样中  $\gamma$ -环糊精的含量，%；

$A_1$ ——分析溶液中  $\gamma$ -环状糊精的峰面积；

$A_2$ ——标准溶液中  $\gamma$ -环状糊精的峰面积；

$C$ ——标准溶液中  $\gamma$ -环状糊精的浓度，mg/mL；

$V$ ——分析储备液的体积，mL；

$n$ ——稀释倍数；

$a$ ——试样的含水量，%；

$m$ ——试样的称样重，mg。

计算结果保留三位有效数字。

## A. 2 还原糖的测定

### A. 2. 1 仪器和设备

分光光度计。

### A. 2. 2 试剂与材料

A. 2. 2. 1 铜溶液：称取 15 g 硫酸铜，置 100 mL 量瓶中，加水溶解，并稀释至刻度。

A. 2. 2. 2 酒石酸溶液：称取 2.5 g 无水碳酸钙，2.5 g 酒石酸钠钾，2.0 g 碳酸氢钠、20 g 无水硫酸钠，置 100 mL 量瓶中，加水溶解，并稀释至刻度。

A. 2. 2. 3 酒石酸铜溶液：使用前，取铜溶液-酒石酸溶液按 1: 25 混合均匀。

A. 2. 2. 4 钼酸铵试剂：移取 6% 磷酸氢二钠溶液 10 mL，10% 钼酸铵溶液 50 mL，稀硫酸 90 mL，加水稀释至 200 mL。

### A. 2. 3 试验步骤

A. 2. 3. 1 分析溶液：准确称量 1.0 g  $\gamma$ -环状糊精（以干基计），置 100 mL 量瓶中，加入前期加热冷却至室温的水，溶解，并稀释至刻度。精密移取 1 mL 该溶液，加入 1 mL 酒石酸铜溶液，水浴加热 10 min，冷却至室温，再加入 10 mL 钼酸铵试剂，静置 15 min。

A. 2. 3. 2 标准储备溶液：准确称取葡萄糖（以干基计）25 mg，加水溶解，配制成浓度为 50 mg/L 的标准储备溶液。

A. 2. 3. 3 标准溶液：取标准储备液 1 mL，加入 1 mL 酒石酸铜溶液，按分析溶液方法制备。  
（1 mL 标准储备液相当于 1.0 g  $\gamma$ -环状糊精试样）

A. 2. 3. 4 测定：取分析溶液和标准溶液，用分光光度计在最大吸收波长 740 nm 处，测定两者的吸光度，分析溶液的吸光度不得大于标准溶液（0.5%）。

---

## 九、 五碳双缩醛（又名戊二醛）

英文名称：Glutaraldehyde

功能分类：食品工业用加工助剂

### （一）使用范围和使用量

食品分类号	食品名称/分类	最大使用量（g/kg）	备注
16.03	胶原蛋白肠衣的加工工艺	按生产需要适量使用	

### （二） 质量规格要求

#### 1 生产工艺

五碳双缩醛由乙烯基乙醚和丙烯醛合成。

#### 2 技术要求

2.1 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	无色至淡黄色	取适量试样置于50 mL烧杯中，在自然光线下，观察其色泽和状态
状态	澄清液体	

2.2 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
五碳双缩醛（C <sub>5</sub> H <sub>8</sub> O <sub>2</sub> ）含量，w/%	15.0~50.0	附录 A 中 A.3
pH	3.1~4.5	附录 A 中 A.4
铅（Pb）/（mg/kg）	≤ 2.0	GB 5009.12

## 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—2008中规定的三级水。试验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

##### A.2.1 试剂和材料

2,4-二硝基苯肼试剂：取2,4-二硝基苯肼0.8 g，加4 mL硫酸，一边搅拌，逐滴加入6 mL水，待溶解完全后，加入20 mL乙醇，混合摇匀，过滤，取滤液即得。

##### A.2.2 鉴别方法

取20 mL 2,4-二硝基苯肼试剂，加入0.4 mL样品，摇匀，静置5 min。过滤，收集沉淀，用乙醇彻底洗涤，用20 mL热二氯乙烯溶解沉淀，过滤。滤液经冰浴冷却至产生结晶，过滤后收集沉淀，用30 mL丙酮回流再溶解，过滤，滤液经冰浴冷却重结晶，过滤，收集沉淀，所得的2,4-二硝基苯肼测定其熔点为185 °C~195 °C。

#### A.3 五碳双缩醛（C<sub>5</sub>H<sub>8</sub>O<sub>2</sub>）含量的测定

##### A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 盐酸羟胺溶液：35 g/L。

A.3.1.2 三乙醇胺溶液：74 g/L。

A.3.1.3 盐酸标准滴定溶液：0.5 mol/L。

##### A.3.2 仪器和设备

天平、酸度计。

##### A.3.3 分析步骤

将足够供分析空白和试样的量的盐酸羟胺溶液，调节pH至3.60。

于二只滴定杯中各加已调节pH至3.60的盐酸羟胺溶液65.0 mL，在每只杯上装一涂有聚四氟乙烯（或相当材质）的搅拌器，经自动滴定器在每一只滴定杯中加入三乙醇胺液30.8 mL，加盖，搅拌。用一已称重的吸量管，吸取一定量约相当于五碳双缩醛300 mg的试样，加于其中一个滴定杯中，经充分混合后，将试样液和空白样液在室温下至少维持60 min，但不超过90 min。

用0.5 mol/L盐酸将试样和空白样滴定至pH为3.60为终点。

注意：在中和和分析过程中，搅拌速度是一个关键因素。当需要搅拌时，应确保溶液内不要因此混入气泡，且测试样品和空白时均始终保持同样的搅拌速度。

### A. 3.4 结果计算

五碳双缩醛含量以  $C_5H_8O_2$  的质量分数  $W$  计，数值以%表示，按公式 (A.1) 计算：

$$w = \frac{0.05006 \times c \times (V_1 - V_2)}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

$W$ ——五碳双缩醛的含量，单位为%；

$V_1$ ——空白样液所耗盐酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

$V_2$ ——试样液所耗盐酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)

$C$ ——盐酸标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

0.05006——1.0 mL 盐酸 [ $c(HCl)=0.5000 \text{ mol/L}$ ] 标准滴定溶液相当的  $C_5H_8O_2$  的质量，单位为克 (g)；

$m$ ——样品质量的数值，单位为克 (g)；

实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与算术平均值的比值不大于 10 %。

## A. 4 pH的测定

### A. 4.1 仪器和设备

酸度计，精度  $\pm 0.01$ 。

### A. 4.2 分析步骤

移取适量样品，置于清洁干燥的烧杯中，在 20 °C 下用酸度计测定其 pH。

---

## 附件 2

## 异戊酸异丙酯等 15 种食品用香料新品种

序号	编码	香料中文名称	香料英文名称	FEMA 编号
1	S1454	异戊酸异丙酯	isopropyl isovalerate	2961
2	S1455	顺式-4-癸烯醇乙酸酯	<i>cis</i> -4-decenyl acetate	3967
3	S1456	惕各酸香叶酯	geranyl tiglate	4044
4	S1457	<i>N</i> -苯甲酰邻氨基苯甲酸	<i>N</i> -benzoylanthranilic acid	4078
5	S1458	2,6,10-三甲基-2,6,10-十五碳三烯-14-酮	2,6,10-trimethyl-2,6,10-pentadecatrien-14-one	3442
6	S1459	2,5-二甲基噻唑	2,5-dimethylthiazole	4035
7	S1460	甲硫基甲醇丁酸酯	methylthiomethyl butyrate	3879
8	S1461	2-甲硫基乙醇	2-(methylthio) ethanol	4004
9	S1462	二乙基三硫醚	diethyl trisulfide	4029
10	S1463	顺式和反式-1-巯基-对-薄荷-3-酮	<i>cis</i> - and <i>trans</i> -1-mercapto- <i>p</i> - menthan-3-one	4300
11	S1464	4-羟基-4-甲基-7-顺式-癸烯酸 $\gamma$ -内酯	4-hydroxy-4-methyl-7- <i>cis</i> -decenoic acid gamma lactone	3937
12	S1465	2-甲基辛醛	2-methyloctanal	2727
13	S1466	3-甲基-5-丙基-2-环己烯-1-酮	3-methyl-5-propyl-2-cyclohexen-1-one	3577
14	S1467	2,4-壬二烯-1-醇	2,4-nonadien-1-ol	3951
15	S1468	环戊硫醇	cyclopentanethiol	3262

### 附件 3

## 增补低聚果糖等 3 种食品添加剂 的质量规格要求

#### 一、低聚果糖质量规格要求

##### 1. 生产工艺

以蔗糖为原料，用来源于米曲霉的  $\beta$ -果糖基转移酶水解后，经色谱分离提纯、干燥制得。

##### 2. 性状

白色或微黄色粉状。

##### 3. 技术要求

3.1 理化指标：应符合表 1 的规定。

表 1 理化指标

项 目	指 标	检 验 方 法
低聚果糖含量(以干基计)，w/%	$\geq$ 95.0	GB/T 23528
水分，w/%	$\leq$ 5.0	GB 5009.3
pH	4.5~7.0	GB/T 20885
电导灰分(占干物质)，w/%	$\leq$ 0.2	GB 317
砷(以 As 计) / (mg/kg)	$\leq$ 0.5	GB/T 5009.11
铅(Pb) / (mg/kg)	$\leq$ 1.0	GB 5009.12

3.2 微生物指标：应符合表 2 的规定。

表 2 微生物指标

项 目	指 标	检 验 方 法
菌落总数/ (CFU/g)	$\leq$ 1000	GB 4789.2
霉菌/ (CFU/g)	$\leq$ 25	GB 4789.15
酵母/ (CFU/g)	$\leq$ 25	GB 4789.15
大肠菌群/ (MPN/100g)	$\leq$ 30	GB 4789.3
致病菌(沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌)	0/25g	GB4789.4、GB/T 4789.5、 GB4789.10

## 二、 $\beta$ -胡萝卜素质量规格要求

### 1. 生产工艺

以物理方法从杜氏盐藻 (*Dunaliella Salina*) 养殖湖中得到杜氏盐藻的浓缩悬浮水溶液。用物理方法进一步浓缩, 除去低分子量成分和非类胡萝卜素残渣后, 得到天然类胡萝卜素的浓缩物, 其中含有 90% 以上的  $\beta$  胡萝卜素, 10% 以下的  $\alpha$  胡萝卜素及 2% 以下的其他胡萝卜素异构体, 然后用食品级的植物油稀释成需要的浓度的油悬浮液。

### 2. 性状

深红色油悬浮液。

### 3. 技术要求

3.1 理化指标: 应符合表 1 的规定。

表 1 理化指标

项 目	指 标	检验方法
总天然类胡萝卜素 (环己烷溶液在 455nm 下, 使用吸光系数), w/%	$\geq 30.0$	附录 A 中 A.2
铅 (Pb) / (mg/kg)	$\leq 10$	GB 5009.12
砷 (以 As 计) / (mg/kg)	$\leq 5$	GB/T 5009.11
汞 (Hg) / (mg/kg)	$\leq 1$	GB/T5009.17

3.2 微生物指标: 应符合表 2 的规定。

表 2 微生物指标

项 目	指 标	检验方法
菌落总数/(CFU/g)	$\leq 1000$	GB 4789.2
大肠菌群/(MPN/g)	$\leq 30$	GB 4789.3
霉菌和酵母/(CFU/g)	$\leq 100$	GB 4789.15
沙门氏菌	0/25g	GB 4789.4



## 附录 A

### 检验方法

#### A.1 鉴别试验

使用紫外/可见分光光度计在波长400nm~550nm间扫描溶液C。如果样品的环己烷溶液的最大吸光度在448nm~ 457nm 和474nm ~486nm 之间样品便会通过FAO-JECFA(联合国粮农组织 FAO/WHO食品添加剂与污染物联合专家委员会 )(胡萝卜素, 藻类) 标准和欧共体指令 (2001/50/EC – 海藻胡萝卜素)标准的鉴别试验。

#### A.2 总天然类胡萝卜素的测定

##### A.2.1 方法概要

此程序可用于测定总类胡萝卜素含量。样品溶于氯仿中并用己烷稀释到合适的浓度。最终的稀释在环己烷中进行。全反式 $\beta$ 胡萝卜素的吸光度在特定的波长下测定, 并使用吸收度系数计算浓度。

##### A.2.2 试剂和材料

A.2.2.1 氯仿。

A.2.2.2 环己烷。

A.2.2.3 己烷。

##### A.2.3 仪器和设备

A.2.3.1 10mm 玻璃比色槽分光光度计。

A.2.3.2 涡流搅拌器。

##### A.2.4 分析步骤

称取约0.53 g $\pm$ 0.26g的三份样品(精确到0.001g)到100 mL 容量瓶(使用具有低光化性质的玻璃器皿)。添加大约10 mL 氯仿溶解样品, 混合均匀(涡旋30s)。透光观察, 确定样品完全溶解; 以己烷稀释至刻度, 混合均匀。此即溶液A。吸取2.0 mL 溶液A到50 mL容量瓶。以己烷稀释至刻度, 混合均匀。此即溶液B; 吸取2.0 mL 溶液B到50 mL容量瓶, 以环己烷稀释至刻度, 混合均匀, 此即溶液C; 在最大吸收度波长测定溶液C的吸收度, 在波长455nm的环己烷作为空白对照。

分光光度计的两槽应经环己烷调零。使用吸光系数, 不再需要标准样品。

##### A.2.5 结果计算

$$c = \frac{A \times 62500}{2500 \times m} \% \text{ (w/w)}$$

其中

C ——  $\beta$ -胡萝卜素(%)的浓度;

A —— 溶液C在455nm附近的最大吸光度;

m —— 样品质量(g);

2500 —— 全反式 $\beta$ -胡萝卜素的吸光系数;

62500 —— 以mL为单位的稀释因子。

### 三、番茄红素质量规格要求

#### 1. 生产工艺

以玉米浆、豆饼粉、淀粉等发酵基础物作为培养基，以三孢布拉氏霉菌 *Blakeslea trispora* 进行发酵得到，再经由过滤、萃取、结晶、精制、成品加工等工序制得的产品。

#### 2. 技术要求

2.1 感官要求：应符合表 1 的要求。

表 1 感官要求

项 目	指 标	检 验 方 法
色泽	红色	将 10g 试样置于白搪瓷盘内，于光线充足的环境中观察。 溶解性检验方法：附录 A 中 A.2。
性状	结晶粉末，不溶于水、易溶于氯仿	

2.2 理化指标：应符合表 2 的要求。

表 2 理化指标

项 目	指 标	检 验 方 法
番茄红素, w/%	≥ 95	附录 A 中 A.1
全反式番茄红素, w/%	≥ 90	附录 A 中 A.1
其他类胡萝卜素, w/%	≤ 5.0	附录 A 中 A.1
干燥失重, w/%	≤ 0.5	GB 5009.3 食品中水分测定（第二法）
铅 (Pb) / (mg/kg)	≤ 1.0	GB 5009.12
异丙醇, w/%	≤ 0.1	《中华人民共和国药典》二部附录 VIII P 残留溶剂测定法
乙酸异丁酯, w/%	≤ 1.0	《中华人民共和国药典》二部附录 VIII P 残留溶剂测定法
溶解度	通过试验	附录 A 中 A.2
类胡萝卜素	通过试验	附录 A 中 A.3
最大吸收峰测定	通过试验	附录 A 中 A.4

## 附录 B

### 检验方法

#### A. 10 番茄红素总含量测定、全反式番茄红素测定及其他类胡萝卜素含量的测定

##### A. 10.1 试验方法

高效液相色谱（HPLC）方法适合于测定全部的番茄红素（全反式番茄红素与顺式番茄红素异构体）、全反式番茄红素，以及其他类胡萝卜素。

##### A. 10.2 试剂和材料

A. 10.2.1 乙腈。

A. 10.2.2 甲醇。

A. 10.2.3 丙酮。

A. 10.2.4 正己烷。

A. 10.2.5 二氯甲烷。

A. 10.2.6 番茄红素标准品（纯度≥95%。

注：所有溶剂都应该是 HPLC 级别。

##### A. 10.3 仪器和设备

高效液相色谱仪：附紫外检测器（UV）。

##### A. 10.4 试验步骤

###### A. 10.4.1 HPLC 条件

A. 10.4.1.1 流动相：乙腈/甲醇（40：60）。

A. 10.4.1.2 流动速度：1 mL/min。

A. 10.4.1.3 检测波长：470 nm。

A. 10.4.1.4 注射量：10 μL。

A. 10.4.1.5 柱温：30 °C。

###### A. 10.4.2 标准溶液

精密称取 25 mg 番茄红素标准品置于 100 mL 棕色容量瓶中，溶解于 10 mL 二氯甲烷，用正己烷定容至刻度。精密移取 1 mL 上述溶液至 50 mL 棕色容量瓶，用丙酮定容至刻度。

###### A. 10.4.3 样品溶液

制备方法同标准溶液。

###### A. 10.4.4 HPLC 分析

谱图记录标准溶液。全反式番茄红素的保留时间大约是 11.5 min~12.5 min。13-顺式番茄红素相对于全反式番茄红素的保留时间是 1.25 min。其它类胡萝卜素相对于全反式番茄红素的保留时间为：β 胡萝卜素为 1.2 min，γ 胡萝卜素为 1.1 min。记录全反式番茄红素和顺式番茄红素异构体的总峰面积并计算番茄红素响应因子（RF）：

$$RF = \frac{A_{st} \times 5000}{W_{st} \times P_{st}}$$

式中：

RF——番茄红素的响应因子(AU mL/mg)；

$A_{st}$ ——总的番茄红素（全反式番茄红素+顺式番茄红素异构体）峰面积；

5000——标准品稀释倍数；

$W_{st}$ ——标准品的质量 (mg);

$P_{st}$ ——标准品的纯度, 它被表达为番茄红素在番茄红素标准品中所占的比例。

色谱图记录样品溶液并记录以下峰面积:

$A_1$ ——全反式番茄红素;

$A_2$ ——总番茄红素 (全反式番茄红素+顺式番茄红素异构体);

$A_3$ ——其它类胡萝卜素;

$A_4$ ——总类胡萝卜素 (全反式番茄红素+顺式番茄红素异构体+其它类胡萝卜素)。

#### A. 10. 4. 5 结果计算:

按以下方式计算总番茄红素, 全反式番茄红素, 以及其它类胡萝卜素的百分比:

$$\text{总番茄红素 (\%)} = \frac{A_2 \times 5000 \times 100}{W \times RF}$$

$$\text{全反式番茄红素 (\%)} = \frac{A_1 \times 100}{A_2}$$

$$\text{其它类胡萝卜素 (\%)} = \frac{A_3 \times 100}{A_4}$$

式中:

$W$ ——样品质量 (mg);

$RF$ ——响应因子(AU mL/mg);

5000——标准品稀释倍数。

#### A. 11 溶解度测定

A. 11. 1 取 1 g 被测样品, 置于 100 mL 水中, 搅拌 5 min, 不溶解。

A. 11. 2 取 1 g 被测样品, 置于 100 mL 氯仿中, 搅拌 5 min, 完全溶解, 溶液外观澄清, 为橙红色。

#### A. 12 类胡萝卜素检测

取本品 1 g, 加入 10 mL 丙酮溶液, 搅拌溶解后, 加入 5% 的硝酸钠溶液及 1N 硫酸后, 颜色消失。

#### A. 13 最大吸收峰测定

精密称取 25 mg 番茄红素标准品置于 100 mL 棕色容量瓶中, 溶解于 10 mL 二氯甲烷, 用正己烷定容至刻度。精密移取 1 mL 上述溶液至 50 mL 棕色容量瓶, 用丙酮定容至刻度。使用紫外分光光度计进行扫描, 在波长约 470 nm 时有最大吸收。

附件 4

## 增补脂肪酶等 2 种食品用酶制剂的原料来源

序号	酶	来源
1.	脂肪酶 Lipase	柱晶假丝酵母 <i>Candida cylindracea</i>
2.	普鲁兰酶 Pullulanase	长野解普鲁兰杆菌 <i>Pullulanibacillus naganoensis</i>



## 附件 1

# 酸式焦磷酸钙等 3 种食品添加剂新品种

### 一、酸式焦磷酸钙

英文名称: calcium acid pyrophosphate

功能: 膨松剂

#### (一) 用量及使用范围

食品分类号	食品名称	使用量 (g/kg)	备注
07.0	焙烤食品	0.57	以磷计

#### (二) 质量规格要求

##### 1. 生产工艺

以氧化钙、氢氧化钙及磷酸为原料反应制得食品添加剂酸式焦磷酸钙。

##### 2. 技术要求

2.1 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	取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中, 观察其色泽和状态
状态	粉末	

2.2 技术要求: 应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项目	指标	检验方法
酸式焦磷酸钙含量, w/%	95.0~100.5	附录 A 中 A.4
灼烧减量, w% ≤	10.0	附录 A 中 A.5
总砷(以 As 计)/(mg/kg) ≤	3	GB/T 5009.76
铅(Pb)/(mg/kg) ≤	2	GB/T 5009.75
氟(F)/(mg/kg) ≤	50	GB/T 5009.18 第三法



## 附录 A

### 检验方法

#### A.1 安全警示

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。

#### A.2 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—2008 中规定的三级水。试验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 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.3 鉴别试验

##### A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 硝酸溶液：1+9。

A.3.1.2 喹钼柠酮溶液。

A.3.1.3 草酸铵溶液：33 g/L。

##### A.3.2 分析方法

###### A.3.2.1 焦磷酸根的鉴别

A.3.2.1.1 试样溶液：将 0.1 g 试样溶于 100 mL 硝酸溶液中。

A.3.2.1.2 试验溶液 A：于 30 mL 喹钼柠酮溶液中滴入 0.5 mL 试样溶液。

A.3.2.1.3 试验溶液 B：将剩余的试样溶液于 95 °C 加热 10 min，取 0.5 mL 此溶液滴入 30 mL 喹钼柠酮溶液中。

A.3.2.1.4 判定：试验溶液 B 立即形成黄色沉淀，试验溶液 A 则不出现。

###### A.3.2.2 钙离子的鉴别

称取约 0.1 g 试样，加 20 mL 水摇匀后过滤，滤液中加 5 mL 草酸铵溶液，产生白色沉淀。

#### A.4 酸式焦磷酸钙含量的测定

##### A.4.1 方法提要

利用酸式焦磷酸钙不溶于水，但是溶于稀盐酸的特质。将其溶于稀盐酸中，与草酸铵反应生成沉淀，过滤、冲洗、滴定，通过计算得出酸式焦磷酸钙的含量。

##### A.4.2 试剂

A.4.2.1 甲基橙指示液。

A.4.2.2 高锰酸钾标准滴定溶液：0.1 mol/L。

A.4.2.3 甲基红指示液。

A.4.2.4 草酸铵溶液。

A.4.2.5 6N 氢氧化铵：200 mL 浓氨水（浓氨水的配制：取 3.5 g 草酸铵，用水稀释至 100 mL）（比重 0.9）加水稀释至 500 mL；

A.4.2.6 洗涤溶液：用水稀释 10 mL 草酸铵溶液至 1000 mL。

A.4.2.7 硫酸溶液：按照硫酸和水 1：6（体积比）的比例配制至 1000 mL 硫酸溶液。

A.4.2.8 盐酸溶液：取 222.3 mL 盐酸（比重 1.19）加水稀释至 1000 mL 即得 2.7 mol/L 的盐酸溶液。

### A. 4. 3 仪器

4 号玻璃砂芯坩埚漏斗

### A. 4. 4 分析步骤

#### A. 4. 4. 1 测定

准确称取 300 mg 样品，溶于 10 mL 盐酸溶液中。加入 120 mL 水和几滴甲基橙指示液，煮沸 30 min。煮沸过程中，如有必要可加盐酸溶液或水以保持溶液的 pH 和体积不变。加 2 滴甲基红指示液和 30 mL 草酸铵溶液。然后在不断搅拌下，滴加混合溶液（由等体积的 6N 氢氧化铵和水的混合溶液），直到指示剂的粉红色刚好消失。在汽浴中蒸煮 30 min，冷却到室温，让沉淀沉降，通过 4 号玻璃砂芯坩埚漏斗，用温和的抽真空力对上清液进行过滤。用 30 mL 冷（低于 20 °C）洗涤溶液洗涤烧杯中的沉淀。让沉淀沉降，上层液体经过过滤器过滤。过滤重复清洗三次或者更多次数。用洗涤溶液将沉淀尽可能全部地转移到过滤器中。最后，用二份 10 mL 冷（低于 20 °C）水清洗烧杯和过滤器。把 4 号玻璃砂芯坩埚漏斗放在烧杯中，加 10 mL 水和 50 mL 冷硫酸溶液。用滴定管加入 20 mL~35 mL 高锰酸钾标准滴定溶液，视含量多少而定，搅拌到颜色消失。加热到约 70 °C，继续用高锰酸钾标准滴定溶液进行滴定，至微红色为终点。

#### A. 4. 4. 2 结果计算

每毫升 0.1 mol/L 高锰酸钾标准滴定溶液相当于 5.40 mg 酸式焦磷酸钙。

#### A. 4. 4. 3 计算公式：

$$X = \frac{V \times C \times 5.40}{0.1 \times m \times (1 - X_1) \times 1000} \times 100 \dots \dots \dots (A. 1)$$

X——酸式焦磷酸钙含量，质量分数；

V——高锰酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

C——高锰酸钾标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

m——试样质量，单位为克（g）；

X<sub>1</sub>——试验水分（%）。

### A. 5 灼烧减量的测定

#### A. 5. 1 仪器

坩埚式电阻炉

#### A. 5. 2 分析步骤

准确称量 1 g~2 g 样品，精确至 0.000 2 g，混合均匀。如果样品为结晶形式，需要将其压成很细的粉末。将样品置于灼烧至恒重的瓷坩埚上，在 750 °C~800 °C 下灼烧 2 h 至恒重。

#### A. 5. 3 结果计算

灼烧减量的质量分数 w<sub>2</sub>，按公式（A.2）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots \dots \dots (A. 2)$$

式中：

m<sub>1</sub>——瓷坩埚和试样的质量，单位为克（g）；

m<sub>2</sub>——瓷坩埚和灼烧后试样的质量，单位为克（g）；

m——试样的质量，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对值差不大于0.2%。

## 二、甲醇钠

英文名称：sodium methylate

功能：加工助剂

### （一）使用范围

油脂加工工艺

### （二）质量规格要求

#### 1. 生产工艺

以甲醇与金属钠或氢氧化钠为原料，反应制得食品添加剂甲醇钠。

#### 2. 技术要求

2.1 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	自然光线下，观察其色泽及状态
状态	粉末	

2.2 技术要求：应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项目	指标	检验方法
碱度(以 $\text{CH}_3\text{ONa}$ 计), w/% $\geq$	97.0	附录 A 中 A.5.1
碳酸钠, w/% $\leq$	0.4	附录 A 中 A.5.2
氢氧化钠, w/% $\leq$	1.7	附录 A 中 A.5.3
铅(Pb)/(mg/kg) $\leq$	5	GB/T 5009.75
总砷(以 As 计)/(mg/kg) $\leq$	3	GB/T 5009.76
总汞(Hg)/(mg/kg) $\leq$	1	GB/T 5009.17

## 附录 A

### 检验方法

#### A.1 安全警示

甲醇钠及其溶液具腐蚀性及易燃性。避免与眼睛、皮肤、衣物接触，避免吸入甲醇钠溶液的挥发气体。

#### A.2 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 6682-2008 中规定的三级水。

试验中所需标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T601、GB/T602、GB/T603 之规定制备。

#### A.3 试剂和材料

A.3.1 焦锑酸钾溶液：2 g 焦锑酸钾溶解于 95 mL 的热水中。迅速冷却，并加入 50 mL 含有 2.5 g 氢氧化钾的溶液和 1 mL 8.5:100 氢氧化钠溶液。静置 24 h，用水稀释至 150 mL。

A.3.2 氯化钡溶液：12 g 氯化钡 ( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) 溶解于水中，并定容至 100 mL。

A.3.3 甲基橙指示液：100 mg 甲基橙溶解于 100 mL 水中，如有必要，可进行过滤。

A.3.4 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl})=1 \text{ mol/L}$

#### A.4 鉴别试验

##### A.4.1 反应活性

将样品暴露于氧气、二氧化碳和水中，每种条件下样品均分解。

##### A.4.2 钠的鉴别

0.1 g 样品溶解于 2 mL 的水中。加入 2 mL 15% 的碳酸钾溶液，并加热至沸腾。无沉淀生成。加入 4 mL 的焦锑酸钾溶液，并加热至沸。在冰水中冷却，若有需要，可用玻璃棒刮试管内表面。此时，产生致密的沉淀物。

#### A.5 碱度、碳酸钠、氢氧化钠的测定

##### A.5.1 碱度的测定

迅速、准确称量约 14 g 样品，溶解于事先加入了 200 mL 新鲜已煮沸的冰冻水的 500 mL 锥形瓶中，立即用橡胶塞塞紧瓶口，振荡至样品溶解。放至室温，用新鲜已煮沸的室温水将上述溶液洗至 250 mL 的容量瓶中，定容混匀。

移取 50.0 mL 的定容溶液至 500 mL 带玻璃塞锥形瓶中，加入 150 mL 新鲜已煮沸的室温水 and 5 mL 的氯化钡溶液。塞紧瓶塞，摇匀并静置 5 min。加入 3 滴酚酞指示液并用盐酸标准滴定溶液滴定至粉红色消失（保留滴定后溶液用于碳酸钠测定）。按公式 (A.1) 计算样品碱度（以  $\text{CH}_3\text{ONa}$  计）(A)：

$$A(\%) = (V_1 \times c \times 5.403) / (m \times 0.2) \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

$V_1$ ——盐酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

$c$ ——盐酸标准滴定溶液的准确浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

$m$ ——试样质量，单位为克 (g)。

##### A.5.2 碳酸钠的测定

加入 2 滴甲基橙指示液至碱度测定中保留的滴定后溶液中,并用盐酸标准滴定溶液滴定至稳定的粉红色。按公式 (A.2) 计算碳酸钠含量 (B) :

$$B(\%) = (V_2 \times c \times 5.30) / (m \times 0.2) \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

$V_2$ ——本次滴定中使用的盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升 (mL);

$c$ ——盐酸标准滴定溶液的准确浓度,单位为摩尔每升 (mol/L);

$m$ ——试样质量,单位为克 (g)。

### A. 5. 3 氢氧化钠的测定

迅速、准确地用卡尔费休滴定瓶称量约 0.5 g 样品,立即用 10 mL 饱和水杨酸甲醇溶液溶解,盖紧盖子,冷却并使用间接滴定法进行水分测量(卡尔费休法)。用同样的方法使用 10 mL 饱和水杨酸甲醇溶液进行空白试验,按公式(A.3) 计算氢氧化钠和碳酸钠总含量 (C) (以氢氧化钠计):

$$C(\%) = (a - b) \times f \times 2.222 / (m \times 1000) \times 100 \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

$a$  —— 滴定试样消耗卡尔费休溶液的体积,单位为毫升 (mL);

$b$  —— 空白试验消耗卡尔费休溶液的体积,单位为毫升 (mL);

$f$  —— 1 mL 卡尔费休溶液对应水的质量,单位为毫克 (mg);

$m$  —— 试样质量,单位为克 (g)。

按公式 (A.4) 计算氢氧化钠的含量 (D) :

$$D(\%) = C - (B \times 0.377) \dots\dots\dots (A.4)$$

### 三、柠檬酸锌（三水）

英文名称：zinc citrate trihydrate

功能：食品营养强化剂

#### （一）用量及使用范围

按照 GB 14880-2012 食品营养强化剂使用标准规定锌的用量及使用范围。

#### （二）质量规格要求

##### 1. 生产工艺

本品是以柠檬酸和氧化锌为原料经过化学合成柠檬酸锌（三水）。

##### 2. 技术要求

2.1 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	取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，观察其色泽和组织状态，嗅其气味
气味	无臭	
组织状态	结晶或结晶性粉末	

2.2 技术要求：应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项目	指标	检验方法
柠檬酸锌（三水）含量[以 $Zn_3(C_6H_5O_7)_2 \cdot 3H_2O$ 计]，w/%	99.0~103.0	附录 A 中 A.4
溶解度/（g/100mL H <sub>2</sub> O，25℃）	≥ 3.60	附录 A 中 A.3
盐酸不溶物，w/%	≤ 0.1	附录 A 中 A.5
干燥减量，w/%	≤ 1.0	附录 A 中 A.6
重金属（以 Pb 计）/(mg/kg)	≤ 20	GB/T 5009.74
铁（Fe）/(mg/kg)	≤ 50	GB/T 5009.90
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 3	GB/T 5009.76
铅（Pb）/(mg/kg)	≤ 5	GB/T 5009.75
溶液澄清度	合格	附录 A 中 A.7

# 附录 A

## 检验方法

### A.1 安全警示

本标准试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，按相关规定操作，操作时需小心谨慎。若溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。在使用挥发性酸时，要在通风橱中进行。

### A.2 一般规定

本标准所用试剂除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T6682-2008 中规定的三级水。

试验方法中所需标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T601、GB/T602、GB/T603 之规定制备。

### A.3 鉴别试验

#### A.3.1 物理性状

白色粉末，无臭无味，微溶于水，能溶于稀硝酸及氢氧化碱。

#### A.3.2 溶解度的测定

在 25 °C 100 mL 水中，加入 4 g 试样，电动搅拌 30 min，若有沉淀，则用恒重的石英砂芯漏斗，真空泵抽滤后，用 10 mL 水冲洗 2 次沉淀，过滤，沉淀物在 105 °C 烘箱内干燥 2 h，冷却称量。4 g 减去沉淀物质量后为  $w$ ，则溶解度为 25 °C  $w$  g/100mL。

### A.4 柠檬酸锌（三水）含量的测定

#### A.4.1 试剂和溶液

A.4.1.1 3 mol/L 盐酸溶液。

A.4.1.2 1 mol/L 氢氧化钠溶液：准确称取 4 g 氢氧化钠，溶于水，稀释至 100 mL。

A.4.1.3 氨-氯化铵缓冲液：PH=10

A.4.1.4 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液：[c(EDTA)]=0.05 mol/L。

A.4.1.5 铬黑 T 指示剂：称取 10 g 预先在 105 °C~110 °C 下烘干 2 h 的氯化钠，置于研钵内研细，加入 0.1 g 铬黑 T，研细，混匀。

#### A.4.2 分析步骤

准确称取 200 mg~205 mg 试样精确至 0.000 1 g，在 110 °C 干燥箱内烘 0.5 h，加水 10 mL，用 3 mol/L 盐酸溶液至溶解（约 2 mL）后，加水稀释至约 100 mL，加氢氧化钠溶液 10 mL，氨-氯化铵缓冲液（PH=10）10 mL，摇匀。调节 pH 约等于 10，加入铬黑 T 指示剂约 0.1 g，用乙二胺四乙酸二钠标准溶液滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色为终点。

#### A.4.3 结果计算

柠檬酸锌（三水）含量  $X$  以  $[Zn_3(C_6H_5O_7)_2 \cdot 3H_2O]$  (%) 计，按公式(A.1)计算：

$$X[Zn_3(C_6H_5O_7)_2 \cdot 3H_2O]\% = \frac{v \times 10.472 \times F}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots(A.1)$$

式中：



$v$ ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$F$ ——乙二胺四乙酸二钠标准溶液实际浓度与 0.05 的比值；

$m$ ——试样的质量，g；

10.472——每消耗 1 mL 0.05 mol/L 的乙二胺四乙酸盐相当于 10.472 mg 的柠檬酸锌（三水） $[\text{Zn}_3(\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ 。

#### A. 5 盐酸不溶物的测定

称取 5 g 试样，精确至 0.001 g，加 6 mol/L 盐酸溶液 10 mL 和水 50 mL，在磁力加热搅拌下 30 min，将所得溶液用洗净的 105 °C 烘 2 h 并冷却称重的 3 号石英沙芯漏斗、真空泵抽滤，用 200 mL 水冲洗 5 次过滤、洗涤，沉淀物在 105 °C 烘箱内干燥 2 h，冷却称重，残留物质量不得超过 5 mg。

#### A. 6 干燥失重的测定

用已恒重的称量瓶称取试样 2g，称准至 0.000 2g，置于恒温干燥箱中，在 105°C 烘至恒重。

干燥失重的百分含量( $X_2$ )按式计算： $X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\%$

式中： $X_2$ ——干燥失重的百分含量；

$m_1$ ——烘干前称量瓶和试样的质量，单位为克（g）；

$m_2$ ——烘干后称量瓶和试样的质量，单位为克（g）；

$m$ ——试样的质量，单位为克（g）。

#### A. 7 溶液澄清度的测定

按《中华人民共和国药典》2010 年版二部附录 IX B《澄清度检查法》进行测定。

## 附件 2

# 4-氨基-5,6-二甲基噻吩并[2,3-d]嘧啶-2(1H)-酮盐酸盐等 2 种食品用香料新品种

### 一、4-氨基-5,6-二甲基噻吩并[2,3-d]嘧啶-2(1H)-酮盐酸盐

英文名称：4-amino-5,6-dimethylthieno[2,3-d]pyrimidin-2(1H)-one hydrochloride

#### (一) 质量规格要求

##### 1. 生产工艺

丙二腈和 3-巯基-2-丁酮在甲醇钠的催化下进行反应，反应完后与尿素进行反应生成 4-氨基-5,6-二甲基噻吩并[2,3-d]嘧啶-2(1H)-酮。4-氨基-5,6-二甲基噻吩并[2,3-d]嘧啶-2(1H)-酮和盐酸反应，获得 4-氨基-5,6-二甲基噻吩并[2,3-d]嘧啶-2(1H)-酮盐酸盐。

##### 2. 技术要求：

2.1 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	白色至米白色	将试样置于一洁净白纸上，用目测法观察
状态	粉末	
香气	甜香	GB/T 14454.2

2.2 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
含量，w/%	≥ 99	GB/T 27579

二、3-[(4-氨基-2,2-二氧-1H-2,1,3-苯并噻二嗪-5-基)氧]-2,2-二甲基-N-丙基丙酰胺  
英文名称: 3-[(4-amino-2,2-dioxido-1H-2,1,3-benzothiadiazin-5-yl)oxy]-2,2-dimethyl  
-N-propylpropanamide

### (一) 质量规格要求

#### 1. 生产工艺

3-羟基-2,2-二甲基丙酸与丙胺于高温下在甲苯溶液中反应, 反应完后用叔丁醇钾脱去质子, 再与 2-氨基-6-氟苯甲腈反应, 结晶纯化, 再与氨基磺酰氯溶液反应, 反应完后用氢氧化钠水溶液环化, 经滴加乙酸形成沉淀, 用乙醇水溶液重结晶, 获得 3-[(4-氨基-2,2-二氧-1H-2,1,3-苯并噻二嗪-5-基)氧]-2,2-二甲基-N-丙基丙酰胺。

#### 2. 技术要求:

2.1 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	米白色	将试样置于一洁净白纸上, 用目测法观察
状态	粉末	
香气	甜香	GB/T 14454.2

2.2 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
熔点/°C	231±2	GB/T 14457.3
含量, w/%	≥ 99	GB/T 27579

## L-半胱氨酸盐酸盐等2种扩大使用范围、用量的 食品添加剂

	名称	功能	食品分类号	食品名称	最大使用量 (g/kg)	备注
1.	L-半胱氨酸盐酸盐	面粉处理剂	06.03.02.01	生湿面制品 (如面条、饺子皮、馄饨皮、烧麦皮)(仅限拉面)	0.3	
2.	甜菊糖苷	甜味剂	16.07	其他(仅限袋泡茶类、代用茶类)	10	



# 食品安全标准与监测评估司

主站首页 | 首页 | 最新信息 | 政策文件 | 工作动态 | 关于我们 | 图片集锦 | 专题专栏

通知公告

您现在所在位置： 首页 > 最新信息 > 风险评估 > 通知公告

## 关于批准L-蛋氨酸甘氨酸酸盐为食品添加剂新品种及3种食品添加剂扩大使用范围的公告 (2014年 第3号)

发布时间：2014-04-01 来源：



### 2014年 第3号

根据《中华人民共和国食品安全法》和《食品添加剂新品种管理办法》的规定，经审核，现批准L-蛋氨酸甘氨酸酸盐为食品添加剂新品种，维生素A、维生素B<sub>1</sub>和膨润土等3种食品添加剂扩大使用范围。

特此公告。

国家卫生计生委  
2014年3月12日

附件1

#### 食品添加剂新品种L-蛋氨酸甘氨酸酸盐

英文名称：L-Methionylglycine · HCl

功能：食品用香料

(一) 质量规格要求

1. 生产工艺

由蛋氨酸和甘氨酸缩合，结晶，干燥制得的食品用香料L-蛋氨酸甘氨酸酸盐。

2. 技术要求

2.1 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	白色至苍白色	将试样置于一洁净白纸上，用目测法观察。
外观	粉末	
香气、香味	带有奶酪气息的咸的肉味	GB/T 14454.2

2.2 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
含量, w /%	≥ 98	GB/T 27579

附件2

#### 维生素A等3种扩大使用范围的食品添加剂

表1 2种扩大使用范围的营养强化剂

	名称	功能	食品分类号	食品名称	最大使用量	备注
1.	维生素A	营养强化剂	14.03.02	植物蛋白饮料	600 μg/kg ~ 1400 μg/kg	
2.	维生素B <sub>1</sub>	营养强化剂	14.03.02	植物蛋白饮料	1 mg/kg ~ 3 mg/kg	

表2 1种扩大使用范围的食品工业用加工助剂

	中文名称	英文名称	功能	使用范围
1.	膨润土	bentonite	吸附剂、助滤剂、澄清剂、脱色剂	茶饮料的加工工艺、固体饮料的加工工艺

分享到

委机关

地方部门

直属和联系单位



联系方式 | 网站地图

地址：北京市西城区西直门外南路1号 邮编：100044 电话：010-68792114

中华人民共和国国家卫生健康委员会 版权所有，不得非法镜像。 ICP备案编号：京ICP备11020874

技术支持：国家卫生健康委员会统计信息中心





# 食品安全标准与监测评估司

主站首页 | 首页 | 最新信息 | 政策文件 | 工作动态 | 关于我们 | 图片集锦 | 专题专栏

通知公告

您现在所在位置： 首页 > 最新信息 > 风险评估 > 通知公告

## 关于批准抗坏血酸钠等8种食品添加剂扩大使用范围用量的公告（2013年 第11号）

发布时间：2013-11-20 来源：



### 2013年 第11号

根据《中华人民共和国食品安全法》和《食品添加剂新品种管理办法》的规定，经审核，现批准抗坏血酸钠等8种食品添加剂扩大使用范围、用量。

特此公告。

国家卫生计生委

2013年11月15日

附件

### 抗坏血酸钠等8种扩大使用范围、用量的食品添加剂

表1 4种扩大使用范围的食品工业用加工助剂

	名称	使用范围	备注
1	抗坏血酸钠	葡萄酒的加工工艺	
2	辛，癸酸甘油酯	防粘剂	胶原蛋白肠衣的加工工艺
3	明胶	澄清剂	果酒的加工工艺
4	脱乙酰甲壳素（又名壳聚糖）	澄清剂	果蔬汁类加工工艺、植物饮料类的加工工艺

表2 1种扩大使用范围、用量的食品营养强化剂

名称	功能	食品分类号	食品名称	最大使用量	备注
乳铁蛋白	营养强化剂	13.01	婴幼儿配方食品	1.0 g/L	以即食状态计，粉状产品按冲调倍数增加使用量

表3 3种扩大使用范围、用量的其他类别食品添加剂

	名称	功能	食品分类号	食品名称	最大使用量 (g/kg)	备注
1	紫胶（又名虫胶）	被膜剂	05.02.02	除胶基糖果以外的其他糖果	3.0	

2	红曲黄色素	着色剂	08.03	熟肉制品	按生产需要适 量使用	
3	辣椒油树脂	增味剂、着色 剂	04.02.02.03	腌渍的蔬菜	按生产需要适 量使用	
			04.03.02.03	腌渍的食用菌和藻 类		

分享到

委机关

地方部门

直属和联系单位



联系方式 | 网站地图

地址：北京市西城区西直门外南路1号 邮编：100044 电话：010-68792114

中华人民共和国国家卫生健康委员会 版权所有，不得非法镜像。 ICP备案编号：京ICP备11020874

技术支持：国家卫生健康委员会统计信息中心







网站首页

首页

机构职能

政策法规

规划计划

行政许可

卫生计生标准

卫生计生统计

通告公告

您当前的位置: 首页 >> 最新审批决定

字体大小: [大](#) [中](#) [小](#) [打印页面](#) [我要分享](#) [关闭](#)

## 关于批准叶绿素铜等2种食品添加剂新品种等的公告(2013年 第2号)

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会 2013-02-26

### 2013年 第2号

根据《中华人民共和国食品安全法》和《食品添加剂新品种管理办法》的规定,经审核,现批准叶绿素铜等2种食品添加剂新品种,N-对苯乙腈基薄荷烷基甲酰胺等2种食品用香料新品种,批准维生素E等10种食品添加剂扩大使用范围、用量,调整食品营养强化剂维生素A在风味发酵乳和再制干酪中的用量,卫生部2012年第15号公告关于维生素A的相关规定同时废止。特此公告。

附件: 1.叶绿素铜等2种食品添加剂新品种.doc

2.N-对苯乙腈基薄荷烷基甲酰胺等2种食品用香料新品种.doc

3. 维生素E等10种扩大使用范围、用量的食品添加剂.doc

4.调整用量的食品营养强化剂维生素A.doc

卫生部

2013年2月17日

相关链接

## 附件 1

# 叶绿素铜等 2 种食品添加剂新品种

### 一、叶绿素铜

英文名称：Copper chlorophyll

功能：着色剂

#### (一) 使用范围及使用量

食品分类号	食品名称	使用量 (g/kg)	备注
01.05.01	稀奶油	按生产需要适量使用	
07.0	焙烤食品		
05.02	糖果		

#### (二) 质量规格要求

##### 1. 生产工艺

以桑叶或者蚕沙提取的叶绿素与氯化铜为原料反应制得的食物添加剂叶绿素铜。

##### 2. 技术要求

2.1 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	青绿色到深绿色	取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中，观察其色泽和状态
状态	蜡状或胶状固体	

2.2 技术要求：应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项目	指标	检验方法
叶绿素含量, w/%	≥ 10	附录 A 中 A.4
吸光比	3.2~4.0	附录 A 中 A.4
干燥失重, w/%	≤ 5.0	GB 5009.3 直接干燥法 <sup>a</sup>
总铜, w/%	≤ 8.0	附录 A 中 A.5
游离铜, w/%	≤ 0.03	附录 A 中 A.6
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 10	GB 5009.12
砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 3	GB/T 5009.11
总汞(Hg)/(mg/kg)	≤ 1	GB/T 5009.17
镉(Cd)/(mg/kg)	≤ 1	GB/T 5009.15
丙酮溶剂残留, w/%	≤ 0.05	附录 A 中 A.7

<sup>a</sup>干燥温度和时间分别为 105℃ 和 2h。

## 附录 A

### 检验方法

#### A.1 安全警示

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。

#### A.2 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—2008 中规定的三级水。试验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 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.3 鉴别试验

##### A.3.1 物理性状

易溶于乙醚、丙酮和食用油等有机溶剂，不溶于水。水溶液呈绿色。溶解前带有叶绿素特有的臭味。

##### A.3.2 吸收峰的测定

取 A.4.3.1 叶绿素含量测定中的试样液，试样液在  $405\text{nm}\pm 3\text{nm}$  和  $630\text{nm}\pm 3\text{nm}$  的两个波长范围内均有最大吸收峰。

##### A.3.3 铜离子试验

称取 1 g 试样，置于已在  $800^{\circ}\text{C}\pm 25^{\circ}\text{C}$  下灼烧至恒重的坩埚中，缓缓加热直至试样完全碳化。将碳化的试样冷却，用 0.5 mL~1 mL 硫酸润湿残渣，继续加热至硫酸蒸汽逸尽，并在  $800^{\circ}\text{C}\pm 25^{\circ}\text{C}$  的高温炉中灼烧残渣至恒重。在残渣中加入 10 mL 盐酸溶液 (1+3)，在水浴上加热溶解，过滤后滤液补充水至 10 mL。取 5 mL 此滤液，加入 0.5 mL 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液 (1g/L)，产生褐红色沉淀。

#### A.4 叶绿素含量及吸光比的测定

##### A.4.1 试剂和材料

###### A.4.1.1 乙醚。

A.4.1.2 0.15 mol/L 磷酸氢二钠溶液:称取 53.7 g 磷酸氢二钠( $\text{Na}_2\text{HPO}_4\cdot 12\text{H}_2\text{O}$ )，加水溶解，稀释并定容至 1000 mL。

A. 4. 1. 3 0.15mol/L 磷酸二氢钾溶液:称取 20.4g 磷酸二氢钾 (KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>), 加水溶解, 稀释并定容至 1000mL。

A. 4. 1. 4 磷酸盐缓冲液 (pH7.5):取 21 份 0.15mol/L 磷酸氢二钠溶液与 4 份 0.15mol/L 磷酸二氢钾溶液混合。

A. 4. 1. 5 氯化铜—甲醇溶液 (A 液): 5%;

A. 4. 1. 6 氢氧化钠—甲醇溶液 (B 液): 10%;

#### A. 4. 2 仪器和设备

分光光度计。

#### A. 4. 3 分析步骤

##### A. 4. 3. 1 试样液制备

称取样品约 1g (精确至 0.000 2g) 于小烧杯中, 用适量无水乙醚 (50mL~60mL) 使之溶解, 移于锥形瓶中, 加入 A 液 1mL, 在 50°C ± 2°C 恒温水浴中加热回流 15min; 取下后再加入 B 液 2mL, 摇匀, 继续回流 20min; 取下后冷却, 加入少量水, 摇匀, 移入分液漏斗中; 再用适量水分次洗涤锥形瓶, 洗液一并置于分液漏斗中, 充分振摇后放置 1h。

另准备一个预先盛有 40mL 无水乙醚的分液漏斗。待第一个分液漏斗中的液体分层后, 将下层液体滤入该分液漏斗中, 下层液体弃掉。滤纸用水洗涤数次至几乎无色, 洗涤液并入第二个分液漏斗。

轻摇第二个分液漏斗进行提取, 用水重复洗涤至乙醚层无色, 静置 15min, 将下层溶液移入到 250mL 的容量瓶中, 加水稀释到刻度, 摇匀。精密量取 1mL 于 50mL 容量瓶中, 用磷酸盐缓冲液 (pH7.5) 稀释至刻度, 摇匀, 即为试样液。

##### A. 4. 3. 2 测定

取试样液置于 1 cm 比色皿中, 以磷酸盐缓冲液 (pH7.5) 做空白对照, 用分光光度计在 405nm±3nm 和 630nm±3nm 波长处测定吸光度。

#### A. 4. 4 结果计算

A. 4. 4. 1 叶绿素含量的质量分数  $w$ , 按公式 (A.1) 计算:

$$w = \frac{E_1}{565 \times m} \times 12500 \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

$E_1$  ——实际测定的试样液在 405 nm±3nm 波长处的吸光度;

m ——样品质量，g；  
565 ——叶绿素的吸光系数；  
12500——样品稀释倍数。

A. 4. 4. 2 吸光比以 A 计，按公式（A.2）计算：

$$A=E_1/E_2\text{..... (A.2)}$$

式中：

E<sub>1</sub>——试样液在 405 nm±3nm 波长处测得的吸光度；

E<sub>2</sub>——试样液在 630 nm±3nm 波长处测得的吸光度。

实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得超过算术平均值的 2 %。

#### A. 5 总铜含量

准确称取 0.1g 试样，精确至 0.000 2g，置于硅皿中，在不超过 500℃下灼烧至无碳，用 1 滴~2 滴硫酸湿润，再次灼烧。用质量分数为 10%的盐酸溶液分 3 次（每次 5mL）煮沸溶解灰分，并过滤于 100mL 容量瓶中，冷却后用水定容至刻度，此为试样液。除试样处理外，其他步骤按 GB/T 5009.13 规定的方法测定。

#### A. 6 游离铜含量

试样处理：称取约 0.1g 样品，精确至 0.000 2g，用 20mL 无水乙醚溶解于锥形瓶中，加水 100mL，盖塞，振摇 1min，移入 125mL 分液漏斗中，静置 30min，将分液漏斗中的下层水溶液用双层定性滤纸过滤，如果滤液有颜色，再次用双层定性滤纸过滤，滤液即为试样液。

除试样处理外，其他步骤按 GB/T 5009.13 规定的方法测定。

#### A. 7 丙酮溶剂残留

按照《中国药典 2010 版二部》附录 VIII P “残留溶剂测定法” 进行测定。

## 二、食品用酶制剂新品种

酶	来源	供体
乳糖酶 (β-半乳糖苷酶) Lactase (beta-galactosidase)	毕赤酵母 <i>Pichia pastoris</i>	米曲霉 <i>Aspergillus oryzae</i>

### (一) 使用范围及使用量:

食品分类号	食品名称	使用量 (g/kg)	备注
01.01	巴氏杀菌乳、灭菌乳和调制乳	按生产需要适量使用	
01.03	乳粉(包括加糖乳粉)和奶油粉及其调制产品		

(二) 质量规格要求: 应符合《食品安全国家标准 食品工业用酶制剂》(GB25594-2010) 的规定。

## 附件 2

# N-对苯乙腈基薄荷烷基甲酰胺等 2 种 食品用香料新品种

### 一、N-对苯乙腈基薄荷烷基甲酰胺

英文名称：N-p-benzeneacetonitrile menthane carboxamide

功能：食品用香料

#### (一) 质量规格要求

##### 1. 生产工艺

对-薄荷烷基-3-甲酸与 2-(4-氨基苯基)乙腈在 30%氢氧化钠溶液中进行反应，反应完成后用 5% 草酸和 5% 盐酸中和，结晶，干燥，再用甲基四氢呋喃重结晶，获得 N-对苯乙腈基薄荷烷基甲酰胺。

##### 2. 技术要求：

2.1 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	将试样置于一洁净白纸上，用目测法观察。
外观	固体结晶	
香气、香味	具有强烈的清新凉爽香气	GB/T 14454.2

2.2 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
熔点/°C	147.0~151.3	GB/T 14457.3
含量, A /%	≥ 99(立体异构体总和)	GB/T 11538

## 二、N-(2-(吡啶-2-基)乙基)薄荷烷基甲酰胺

英文名称: N-(2-(Pyridin-2-yl)ethyl)-3-p-menthane carboxamide

功能: 食品用香料

### (一) 质量规格要求

#### 1. 生产工艺

对-薄荷烷基-3-甲酸与 2-乙烯基吡啶在氨水溶液中进行反应, 反应完成后用 5% 草酸中和, 结晶, 干燥, 再用乙醇重结晶, 获得 N-(2-(吡啶-2-基)乙基)薄荷烷基甲酰胺。

#### 2. 技术要求:

2.1 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	将试样置于一洁净白纸上, 用目测法观察
外观	固体结晶	
香气、香味	具有强烈的清新凉爽香气	GB/T 14454.2

2.2 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
熔点/°C	≥ 83	GB/T 14457.3
含量, A/%	≥ 99	GB/T 11538



附件 3

## 维生素 E 等 10 种扩大使用范围、用量的 食品添加剂

表 1

	名称	功能	食品分类号	食品名称	最大使用量 (g/kg)	备注
1.	维生素 E	抗氧化剂	01.01.03	调制乳	0.2	
2.	二氧化硅	抗结剂	01.08	其他乳制品 (仅限奶片)	15	
3.	焦亚硫酸钠	抗氧化剂	06.03.02.01	生湿面制品 (仅限拉面)	0.05	最大使用量以二氧化硫残留量计
4.	维生素 B <sub>2</sub>	营养强化剂	14.03.02	植物蛋白饮料	1 mg/kg~3 mg/kg	
5.	维生素 D	营养强化剂	14.03.02	植物蛋白饮料	3 μg/kg~15 μg/kg	
6.	山梨酸及其钾盐	防腐剂、抗氧化剂、 稳定剂	15.02	配制酒 (仅限青稞干酒)	0.6g/L	以山梨酸计
7.	硫磺	漂白剂、防腐剂	16.07	其他 (仅限魔芋粉)	0.9g/kg	只限于熏蒸, 最大使用量以二氧化硫残留量计

表 2. 巴西棕榈蜡等 3 种扩大使用范围的食物工业用加工助剂

	中文名称	英文名称	功能	使用范围
1.	巴西棕榈蜡	carnauba wax	脱模剂	膨化食品加工工艺
2.	白油（液体石蜡）	white mineral oil	脱模剂	膨化食品加工工艺
3.	蜂蜡	beeswax	脱模剂	膨化食品加工工艺

附件 4

## 调整用量的食品营养强化剂维生素 A

名称	功能	食品分类号	食品名称	最大使用量 (g/kg)	备注
维生素 A	营养强化剂	01.02.02	风味发酵乳	600 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~1000 $\mu\text{g}/\text{kg}$	
		01.06.04	再制干酪	3000 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~9000 $\mu\text{g}/\text{kg}$	





# 食品安全标准与监测评估司

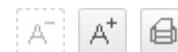
主站首页 | 首页 | 最新信息 | 政策文件 | 工作动态 | 关于我们 | 图片集锦 | 专题专栏

通知公告

您现在所在位置: 首页 > 最新信息 > 风险评估 > 通知公告

## 关于食品用香料新品种9-癸烯-2-酮、茶多酚等7种食品添加剂扩大使用范围和食品营养强化剂钙扩大使用范围的公告

发布时间: 2016-11-17 来源:



2016年 第14号

根据《食品安全法》规定, 审评机构组织专家对食品用香料新品种9-癸烯-2-酮、茶多酚等7种食品添加剂扩大使用范围和食品营养强化剂钙扩大使用范围的安全性评估材料审查并通过。特此公告。

- 附件: 1. 食品用香料新品种9-癸烯-2-酮  
2. 茶多酚等7种食品添加剂扩大使用范围  
3. 食品营养强化剂钙扩大使用范围

国家卫生计生委  
2016年11月1日

附件1

### 食品用香料新品种 9-癸烯-2-酮

英文名称: 9-Decen-2-one

功能分类: 食品用香料

#### (一) 用量及使用范围

配制成食品用香精用于各类食品 (GB2760-2014表B.1食品类别除外), 用量为按生产需要适量使用。

#### (二) 质量规格要求

##### 1 范围

本质量规格要求适用于以10-十一碳烯酸为原料制得的食品添加剂9-癸烯-2-酮。

##### 2 化学名称、分子式、结构式、分子量

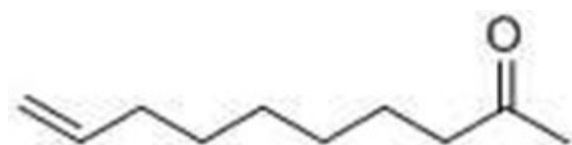
###### 2.1 化学名称

9-癸烯-2-酮

###### 2.2 分子式

C<sub>10</sub>H<sub>18</sub>O

###### 2.3 结构式



## 2.4 相对分子质量

154.25 (按2007年国际相对原子质量)

## 3 技术要求

3.1 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	无色至黄色	将试样置于比色管内，用目测法观察
状态	透明液体	
香气	有梨、菠萝、苹果的香气	GB/T 14454.2

3.2 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
含量, $w / \% \geq$	99	附录A
折光指数(20 °C)	1.431 ~ 1.441	GB/T 14454.4
相对密度(25 °C/25 °C)	0.840 ~ 0.850	GB/T 11540

## 附录 A

### 食品添加剂9-癸烯-2-酮含量的测定

#### A.1 仪器和设备

A.1.1 色谱仪：按GB/T 11538—2006中第5章的规定。

A.1.2 柱：毛细管柱。

A.1.3 检测器：氢火焰离子化检测器。

#### A.2 测定方法

面积归一化法：按GB/T 11538—2006中10.4测定含量。

#### A.3 重复性及结果表示

按GB/T 11538—2006中第11.4条规定进行，应符合要求。

食品添加剂9-癸烯-2-酮气相色谱图及操作条件参见附录B。

## 附录 B

### 食品添加剂9-癸烯-2-酮气相色谱图及操作条件 (面积归一化法)

#### B.1 食品添加剂9-癸烯-2-酮气相色谱图

食品添加剂9-癸烯-2-酮气相色谱图见图B.1。

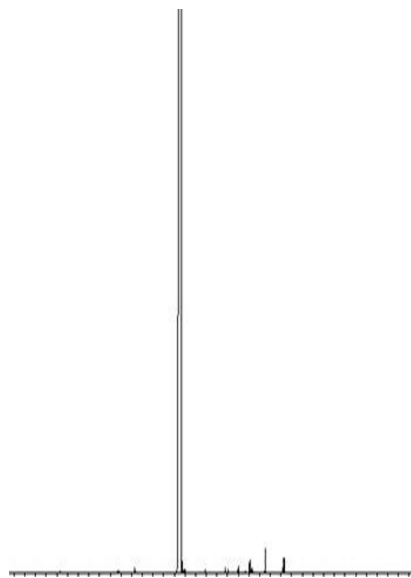


图 B.1 食品添加剂9-癸烯-2-酮气相色谱图

## B.2 操作条件

B.2.1 柱：毛细管柱，长60m，内径0.25mm。

B.2.2 固定相：100%二甲基聚硅氧烷。

B.2.3 膜厚：0.25um。

B.2.4 色谱炉温度：70℃保持0分钟，以每分钟5℃的升温速率升至220℃。

B.2.5 进样口温度：250℃。

B.2.6 检测器温度：300℃。

B.2.7 检测器：氢火焰离子化检测器。

B.2.8 载气：氦气。

B.2.9 柱前压：0.13MPa。

B.2.10 进样量：1.0uL。

B.2.11 分流比：350：1。

## 附件2

### 茶多酚等7种食品添加剂扩大使用范围

序号	名称	功能	食品分类号	食品名称	最大使用量 (g/kg)	备注
1.	茶多酚	抗氧化剂	04.01.02.05	果酱	0.5	以儿茶素计
			11.05.01	水果调味糖浆		
2.	二氧化碳	其他	14.01.01	饮用天然矿泉水	按生产需要适量使用	-
3.	焦糖色（普通法）	着色剂	14.03.04	其他蛋白饮料	按生产需要适量使用	-
4.	乳酸	酸度调节剂	01.05.01	稀奶油	按生产需要适量使用	-
5.	纤维素	抗结剂、稳定剂和凝固剂、增稠剂	01.06	干酪和再制干酪及其类似品	按生产需要适量使用	-
			06.03.02.04	面糊（如用于鱼和禽肉的拖面糊）、裹粉、煎炸粉		
			07.0	焙烤食品		
			08.03.04	西式火腿（熏烤、烟熏、蒸煮火腿）类		
			08.03.05	肉灌肠类		
			12.05	酱及酱制品		
			12.09.03	香辛料酱（如芥末酱、青芥酱）		
16.03	胶原蛋白肠衣					
6.	亚硫酸钠	护色剂、抗氧化剂	04.01.02.05	果酱	0.1	以二氧化硫残留量计
7.	聚二甲基硅氧烷及其乳液	食品工业用加工助剂（消泡剂）	-	畜禽血制品加工工艺	0.2	-

## 附件3

### 食品营养强化剂钙扩大使用范围

序号	名称	功能	食品分类号	食品名称	使用量	备注
1.	钙	食品营养强化剂	01.02.02	风味发酵乳	250 mg/kg ~ 1000 mg/kg	钙的化合物来源符合GB14880中附录B的要求。

分享到 

委机关

地方部门

直属和联系单位



[联系方式](#) | [网站地图](#)

地址：北京市西城区西直门外南路1号 邮编：100044 电话：010-68792114

中华人民共和国国家卫生健康委员会 版权所有，不得非法镜像。 ICP备案编号：京ICP备11020874

技术支持：国家卫生健康委员会统计信息中心







# 食品安全标准与监测评估司

主站首页 | 首页 | 最新信息 | 政策文件 | 工作动态 | 关于我们 | 图片集锦 | 专题专栏

通知公告

您现在所在位置: 首页 > 最新信息 > 风险评估 > 通知公告

## 关于海藻酸钙等食品添加剂新品种的公告

发布时间: 2016-06-30 来源:



2016年 第8号

根据《食品安全法》规定, 审评机构组织专家对海藻酸钙等10种食品添加剂新品种、L (+) - 酒石酸等19种食品添加剂扩大使用范围或使用量、L - 苏糖酸镁等3种食品营养强化剂新品种、左旋肉碱食品营养强化剂扩大使用量的安全性评估材料审查并通过。  
特此公告。

- 附件: 1. 海藻酸钙等10种食品添加剂新品种  
 2. L (+) - 酒石酸等19种食品添加剂扩大使用范围或使用量  
 3. L - 苏糖酸镁等3种食品营养强化剂新品种  
 4. 左旋肉碱食品营养强化剂扩大使用量

国家卫生计生委  
2016年6月15日

分享到

委机关

地方部门

直属和联系单位



联系方式 | 网站地图

地址: 北京市西城区西直门外南路1号 邮编: 100044 电话: 010-68792114

中华人民共和国国家卫生健康委员会 版权所有, 不得非法镜像. ICP备案编号: 京ICP备11020874

技术支持: 国家卫生健康委员会统计信息中心



## 附件 1

# 海藻酸钙等 10 种食品添加剂新品种

## 一、海藻酸钙（又名褐藻酸钙）

英文名称：Calcium alginate

功能分类：增稠剂、稳定和凝固剂

### （一）用量及使用范围

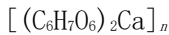
食品分类号	食品名称	最大使用量/(g/kg)	备注
06.03.02	小麦粉制品	5.0	
07.01	面包	5.0	

### （二）质量规格要求

#### 1 范围

本质量规格要求适用于从海带(*Laminaria*)、巨藻(*Macrocystis*)、泡叶藻(*Ascophyllum*)等褐藻类植物中经提取加工制成的食品添加剂海藻酸钙（又名褐藻酸钙）。

#### 2 分子式



#### 3 技术要求

3.1 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	白色至黄色	将适量样品均匀置于清洁、干燥的白瓷盘内，于光线充足、无异味的环境中，观察其色泽和状态。
状态	纤维状或粒状粉末	

3.2 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
海藻酸钙含量（以氧化钙计，以干基计），w/%	8.0~13.0	附录 A 中 A.3
干燥减量，w/%	≤ 15.0	GB 5009.3 直接干燥法
灰分（以干基计），w/%	10.0~20.0	GB 5009.4 <sup>a</sup>
铅（Pb）/(mg/kg)	≤ 4.0	GB 5009.12
砷（以 As 计）/(mg/kg)	≤ 2.0	GB 5009.11

<sup>a</sup>灼烧温度为 700℃~800℃

## 附 录 A

### 检验方法

#### A.1 一般规定

本质量规格要求除另有规定外，所用试剂的纯度应在分析纯以上，所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，应按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的规定制备，试验用水应符合GB/T 6682中三级水的规定。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

##### A.2.1 试剂和材料

A. 2. 1. 1 1,3-二羟基萘乙醇溶液(10 g/L): 称取约1 g 1,3-二羟基萘溶于100 mL无水乙醇, 混匀(现用现配)。

A. 2. 1. 2 盐酸。

A. 2. 1. 3 异丙醚。

## A. 2. 2 鉴别

### A. 2. 2. 1 可溶性试验

本品不溶于水, 但是溶于碱性溶液或者溶于有与钙结合的物质的溶液中, 不溶于有机溶剂。

### A. 2. 2. 2 海藻酸盐鉴定

取样品5mg放入试管中, 加入5mL水, 加入1 mL新制的1,3-二羟基萘乙醇溶液和5 mL浓盐酸摇匀。把上述混合物加热至沸, 轻轻煮沸3min, 冷却到15℃左右, 转移至30 mL的分液漏斗中, 容器用5 mL水洗涤, 洗液并入分液漏斗中。加入15 mL异丙醚, 振摇提取, 分取醚层, 同时做空白对照, 样品管的异丙醚层与对照管比较, 应显深紫色。

## A. 3 海藻酸钙含量的测定

### A. 3. 1 方法提要

将海藻酸钙试样灰化后, 与酸反应形成可溶性的钙盐, 利用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定反应产生的钙离子, 折算成海藻酸钙(以氧化钙计, 以干基计)的含量。

### A. 3. 2 试剂和材料

A. 3. 2. 1 氢氧化钾溶液(2mol/L): 精确称取 112g 氢氧化钾置于 1000mL 水中, 溶解并混匀。

A. 3. 2. 2 混合酸消化液: 硝酸、高氯酸以 4:1 的质量比混合均匀, 备用。

A. 3. 2. 3 三乙醇胺溶液(10%): 量取 10mL 三乙醇胺置于 90mL 水中, 混合均匀。

A. 3. 2. 4 钙红指示剂(1%): 称取 1g 钙红指示剂( $C_{21}O_7N_2SH_{14}$ ), 加 99g 固体氯化钠, 于研钵中混匀研细, 盛于棕色广口瓶中, 备用。

A. 3. 2. 5 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(0.01mol/L): 参照 GB/T601-2002 中 4.15 配制

### A. 3. 3 仪器和设备

A. 3. 3. 1 碱式滴定管(50mL)。

A. 3. 3. 2 万用电阻炉。

### A. 3. 4 分析步骤

#### A. 3. 4. 1 试样消化

取测定灰分项下的坩埚连同遗留残渣, 小心加入混合酸消化液 25mL±5mL, 置于通风橱内万用电阻炉上小火加热, 酸液过少时可反复补加少量混合酸消化液继续加热消化, 至消化液无色透明为止。此时消化液中可能会残留剩余酸消化液, 为将其蒸出, 应将消化液继续加热; 若消化液较少, 可反复补充 10mL±5mL 水缓慢加热, 直至不再有高氯酸的白烟冒出, 即可取下; 待冷却后, 将坩埚内消化液小心转移至 250mL 容量瓶中, 并用少量水反复冲洗坩埚, 并不断用 PH 试纸检测, 直至洗涤液不再呈明显酸性为止, 洗液并入容量瓶并定容。

取与消化试样相同量的混合酸消化液, 按上述操作做试剂空白试验。

#### A. 3. 4. 2 测定

##### A. 3. 4. 2. 1 试样及空白滴定

分别移取 5mL 试样消化液及空白于 250mL 三角瓶中, 加 50mL 蒸馏水混合均匀, 加入 2mol/L 氢氧化钾溶液 5mL, 再加入 10%三乙醇胺 1mL, 加钙红指示剂 0.1g, 充分振摇。使溶液混合均匀, 在不断振摇下, 用 0.01 mol/L 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定, 溶液由酒红色变为纯蓝色, 即为终点。

##### A. 3. 4. 2. 2 结果计算

海藻酸钙含量（以氧化钙计，以干基计）的质量分数  $w_2$ ，按式（A.1）计算：

$$w_2 = \frac{c \times (V - V_0) \times M \times 250}{m \times 50 \times 1000(1 - w_1)} \times 100\% \dots\dots\dots(A.1)$$

式中：

- $m$ ——试样的质量，单位为克（g）；
- $c$ ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
- $V$ ——滴定试样所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- $V_0$ ——滴定空白所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- 250——容量瓶的容积，单位为毫升（mL）；
- 5——移取试样消化液的体积，单位为毫升（mL）；
- $M$ ——氧化钙的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol） [ $M(\text{CaO})=56.08$ ]；
- 1000——换算因子；
- $w_1$ ——试样的干燥减量的质量分数，单位为百分比（%）。

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得超过算术平均值的 3.0%。

---

## 二、皂树皮提取物

英文名称：Quillaia extract

功能分类：乳化剂

### （一）用量及使用范围

食品分类号	食品名称	最大使用量（g/kg）	备注
14.02.03	果蔬汁（浆）类饮料	0.05	按皂素计，固体饮料按稀释倍数增加使用量
14.03	蛋白饮料	0.05	按皂素计，固体饮料按稀释倍数增加使用量
14.04	碳酸饮料	0.05	按皂素计，固体饮料按稀释倍数增加使用量
14.07	特殊用途饮料	0.05	按皂素计，固体饮料按稀释倍数增加使用量
14.08	风味饮料	0.05	按皂素计，固体饮料按稀释倍数增加使用量

### （二）质量规格要求

#### 1 范围

本质量规格要求适用于以皂树（*Quillajasaponaria* Molina）的树皮、树干或枝条为原料，磨碎后使用水溶剂提取法提取出来经净化、精制等工艺生产的食品添加剂皂树皮提取物。商品化的皂树皮提取物产品可为液体或粉末状，粉末状产品可含有例如乳糖、麦芽糖醇、麦芽糊精、糊精、聚葡萄糖等作为载体。液体产品可以使用苯甲酸钠或乙醇以便保存。

#### 2 产品分类

皂树皮提取物按照不同皂素含量范围分为1型和2型两种产品类型。

#### 3 技术要求

3.1 感官要求：应符合表1的规定。

表1 感官要求

项目	指标	检验方法
状态	液体或粉末状	取适量样品置于白色瓷盘中，于自然光线下采用目测的方法观察状态、色泽及杂质，采用鼻嗅的方法闻其气味。
色泽	浅棕色至棕色	
气味	具有皂树皮提取物特有的气味	
杂质	无肉眼可见外来杂质	

3.2 理化指标：应符合表2的规定。

表2 理化指标

项目	指标		检测方法
	1型	2型	
水分，w% （限粉末形态产品）	≤ 6		GB 5009.3 卡尔·费休法
干燥失重，w% （限液体形态产品）	50~80	50~90	GB 5009.3直接干燥法
pH	3.7~5.5		附录A中A.3
灰分（以干基计），w% ≤	14	5	GB 5009.4 <sup>a</sup>

丹宁酸（以干基计），w/%≤	8		附录A中A.4
皂素含量（以干基计），w/%	20~26	65~90	附录A中A.5
铅（Pb）/（mg/kg）≤	2.0		GB 5009.12
*粉状样品，使用1.0g；液体样品，使用干燥失重后的残余物			

## 附录A 检验方法

### A.1 一般规定

本质量规格要求除另有规定外，在色谱分析中均使用色谱纯试剂和 GB/T 6682 中规定的一级水，其余检验所用试剂的纯度均为分析纯，试验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规定。

### A.2 鉴别试验

A.2.1 试样应具有较强水溶性，但不溶于乙醇、丙酮、甲醇和丁醇。

A.2.2 称取0.5g粉末试样溶解在9.5g水中或量取1mL液体试样溶解在9mL水中，加入装有350mL水的1000mL量筒中，量筒加盖后用力摇晃30次后静置，30min后记录泡沫体积（mL），泡沫体积应达到150mL。

A.2.3 按照皂素含量高效液相色谱测定法（A.5），试样主峰的保留时间应与皂素标准品的皂素主要组分(QS-18)主峰一致。

A.2.4 观察A.2.2中粉末试样溶液，溶液不应出现浑浊。将该溶液置于在520nm波长下测定其吸光度，吸光度应小于1.2。（此方法仅限粉末试样）

### A.3 pH的测定

#### A.3.1 仪器和设备

pH计。

#### A.3.2 操作步骤

##### A.3.2.1 调整pH计

按仪器使用说明书调试和校正pH计。

##### A.3.2.2 测定

称取适量试样，用水配制成4%（w/%）的皂树皮提取物待测液。然后用水冲洗电极探头，用滤纸轻轻吸干，将电极插入待测溶液中，调节温度调节器，使仪器指示温度与溶液温度相同，稳定后读数。

### A.4 丹宁酸的测定

#### A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 乙酸。

A.4.1.2 聚乙烯吡咯烷酮。

#### A.4.2 仪器和设备

A.4.2.1 电热恒温干燥箱。

A.4.2.2 离心机。

#### A.4.3 分析步骤

称取3.0g粉末试样，或含有3.0g固形物(使用干燥失重数值换算)的液体试样，精确至0.01 g，溶解在250mL水中，用乙酸调整pH为3.5，量取25 mL溶液，在105℃的温度条件下，干燥5 h，冷却，称重（ $m_1$ ）。量取50 mL溶液与360 mg聚乙烯吡咯烷酮混合，在室温下搅拌30 min，然后以3000 rpm的转速离心10 min。收集上层清液，并在105℃的温度条件下干燥5h，冷却，称重（ $m_2$ ）。

#### A.4.4 结果计算

丹宁酸（以干基计）的质量分数  $w$  按式（A.1）计算：

$$w = \frac{m_1 - \frac{m_2}{2}}{m_1} \times 100\%$$

式中:

$m_1$ ——加入聚乙烯吡咯烷酮前的溶液干燥后的质量, 单位为克 (g);

$m_2$ ——加入聚乙烯吡咯烷酮后的溶液干燥后的质量, 单位为克 (g);

2——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 5.0%。

### A.5 皂素含量的测定

#### A.5.1 测定方法原理:

使用高效液相色谱将皂素的主要组分 QS-7、QS-17、QS-18 和 QS-21 分离, 皂树皮提取物中皂素总水平以 QS-7、QS-17、QS-18 和 QS-21 总量计算。

#### A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 皂素标准品 (或类似皂素含量已知的皂素标准品)。

A.5.2.2 三氟乙酸。

A.5.2.3 高效液相色谱级乙腈。

A.5.2.4 0.2 $\mu$ m 孔径的过滤膜。

#### A.5.3 仪器和设备

高效液相色谱仪: 配备紫外检测器。

#### A.5.4 参考色谱条件

A.5.4.1 色谱柱: C4键合硅胶色谱柱 (长4.6 $\times$ 250 mm, 孔径300A, 粒径5  $\mu$ m) 或其他等效色谱柱。

A.5.4.2 柱温: 室温。

A.5.4.3 进样方式: 梯度进样。

A.5.4.4 流动相:

流动相A: 将0.15%三氟乙酸溶解于高效液相色谱级用水;

流动相B: 将 0.15%三氟乙酸溶解于高效液相色谱级乙腈。

A.5.4.5 流速: 1.0 mL/min。

A.5.4.6 检测波长: 220nm。

A.5.4.7 梯度洗脱条件见表A.1。

表A.1 梯度洗脱条件

时间 (min)	流动相 A%	流动相 B%	流速 (mL/min)
0	70	30	1.0
40	55	45	1.0
45	70	30	1.0

A.5.4.8 进样体积: 20  $\mu$ L。

#### A.5.5 分析步骤

##### A.5.5.1 试样溶液的制备

###### A.5.5.1.1 粉末试样

称取 0.5g 试样, 精确至 0.001 g, 在 9.5g 水中溶解, 使用 0.2 $\mu$ m 孔径的过滤膜进行过滤, 制备好的试样溶液约为 10mL。

###### A.5.5.1.2 液体试样

称取 1.0g 试样，精确至 0.001 g，用 9mL 水稀释，使用 0.2μm 孔径的过滤膜进行过滤，制备好的试样溶液约为 10mL。

#### A. 5. 5. 2 标准溶液的制备

称取 1.5g 皂素标准品，精确至 0.001 g，在 100mL 水中溶解，使用 0.2μm 孔径的过滤膜进行过滤。

#### A. 5. 6 结果计算

A. 5. 6. 1 根据上述样品制备方法制备的溶液中皂素的含量 $C_{sap}$ ，单位为毫克每毫升(mg/mL)，按式 (A.2) 计算：

$$C_{sap} = \frac{A_{样品}}{A_{标准}} \times C_{标准} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

$C_{标准}$ ——标准品的皂素浓度，单位为毫克每毫升 (mg/mL) (例如  $C_{标准}=13.5$  mg/mL 表示：1.5g 标准样品中皂素含量为 90%)；

$A_{样品}$ ——试样中 4 个主要皂素组分 QS-7、QS-17、QS-18 和 QS-21 峰面积的总和，如附录 B 中示意图所示 (皂素的主峰将在多酚主峰出现后出峰，参见附录 B 中图 B.2 所示)。

$A_{标准}$ ——标准品中 4 个主要皂素峰面积的总和；

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 2.0%。

A. 5. 6. 2 试样中皂素的质量分数 $w_1$ 按式 (A.3) 计算：

$$w_1 = \frac{C_{sap} \times v_{样品}}{m_{样品}} \times 100\% \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

$C_{sap}$ ——试样溶液中的皂素含量，单位为毫克每毫升 (mg/mL)；

$m_{样品}$ ——从制备的样品中取出的样品质量，单位为毫克 (mg)；

$v_{样品}$ ——制备的试样溶液体积，单位为毫升 (mL)。

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 2.0%。

### 附录 B

#### 皂树皮提取物高效液相色谱示意图

##### B. 1 皂素标准品色谱图

皂素标准品色谱图见图 B.1。



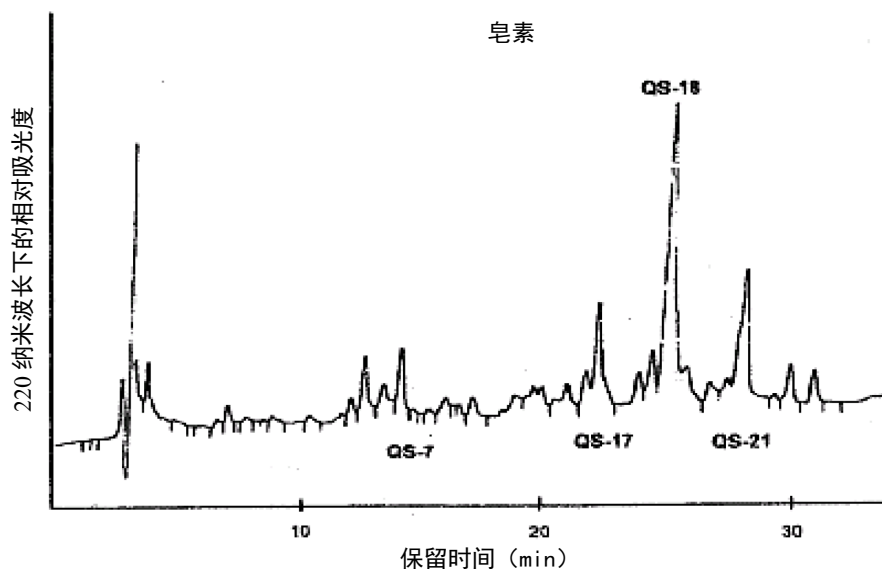


图 B.1 皂素标准品色谱图 (15mg/mL 干物质含量, 相当于 13.5mg/mL 皂素含量)

### B.2 皂树皮提取物 (1 型) 的色谱图

皂树皮提取物 (1 型) 的色谱图见图 B.2。皂树皮提取物 (2 型) 的色谱图参照皂树皮提取物 (1 型) 色谱图。

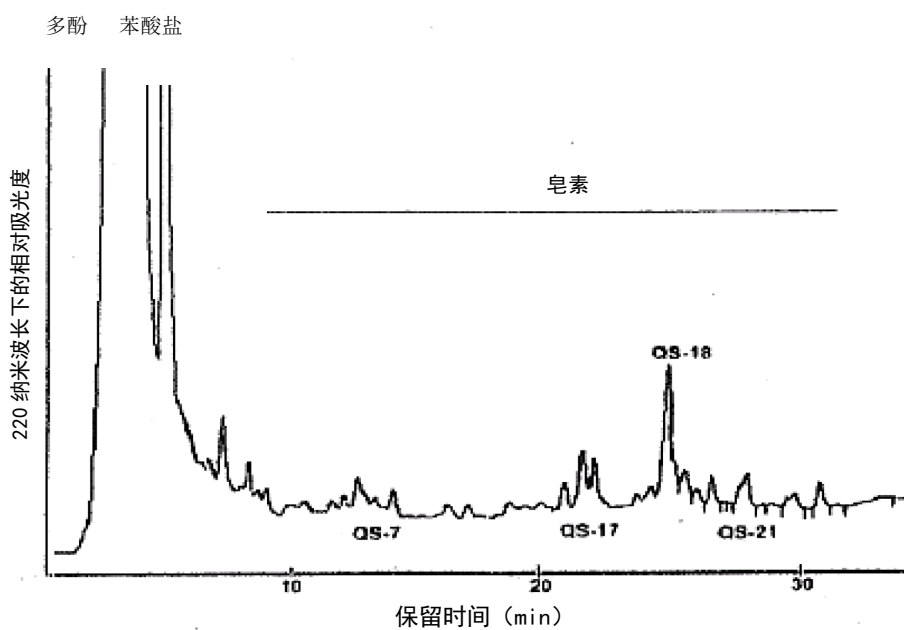


图 B.2 皂树皮提取物 (1 型) 的色谱图 (约 55 mg/mL 干物质含量)

### 三、磷酸（湿法）

英文名称：Phosphoric acid (Wet process)

功能分类：酸度调节剂

#### （一）用量及使用范围

食品分类号	食品名称	最大使用量/(g/kg)	备注
14.04.01	可乐型碳酸饮料	5.0	以 $\text{PO}_4^{3-}$ 计

#### （二）质量规格要求

##### 1 范围

本质量规格要求适用于经溶剂萃取、除杂和精制制得的食物添加剂磷酸（湿法）。

##### 2 分子式和相对分子质量

###### 2.1 分子式

$\text{H}_3\text{PO}_4$

###### 2.2 相对分子质量

97.99

##### 3 技术要求

###### 3.1 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	无色透明或略带浅色	取适量试样，置于清洁、干燥的比色管中，在自然光线下，目视观察其色泽和状态。
状态	稠状液体	

###### 3.2 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
磷酸( $\text{H}_3\text{PO}_4$ )含量, w/%	75.0~86.0	GB 1886.15
色度, 黑曾	≤ 20	GB/T 605
总有机碳 (以 C 计), w/%	≤ 0.006	附录 A 中 A.4
易氧化物(以 $\text{H}_3\text{PO}_3$ 计), w/%	≤ 0.008	GB 1886.15
硫酸盐(以 $\text{SO}_4$ 计), w/%	≤ 0.01	附录 A 中 A.5
氯化物 (以 Cl 计), w/%	≤ 0.0007	GB/T 2091
铁 (以 Fe 计), w/%	≤ 0.001	附录 A 中 A.6
砷 (以 As 计) / (mg/kg)	≤ 0.5	GB 1886.15
氟化物 (以 F 计) / (mg/kg)	≤ 10	GB 1886.15
铅 (Pb) (w) / (mg/kg)	≤ 2.0	SN/T 2049
镉 (以 Cd 计) / (mg/kg)	≤ 2.0	SN/T 2049
汞 (以 Hg 计), w/%	≤ 0.0001	附录 A 中 A.7
重金属 (以 Pb 计) / (mg/kg)	≤ 5.0	GB 1886.15

#### 附录 A

#### 检验方法

##### A.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性、腐蚀性及易燃，操作者须小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。使用易燃品时，严禁使用明火加热。

##### A.2 一般规定

本质量规格要求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、杂质测定用标准溶液、制剂和制品，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。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.3 鉴别试验

#### A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 氢氧化钠溶液：40 g/L。

A.3.1.2 硝酸银溶液：10 g/L。

A.3.1.3 酚酞指示液：10 g/L。

#### A.3.2 鉴别方法

称取约1 g试样，置于100 mL烧杯中，加10 mL水，1滴酚酞指示液，用氢氧化钠溶液调至中性，滴加硝酸银溶液，有黄色沉淀生成，该沉淀能溶于稀硝酸（5%）或氨水。

### A.4 总有机碳的测定

#### A.4.1 方法提要

试样中的总有机碳，在过硫酸盐和紫外光的作用下，被氧化为二氧化碳，用有机碳TOC分析仪测定总碳含量。

#### A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 无二氧化碳蒸馏水或高纯水。

A.4.2.2 邻苯二甲酸氢钾标准溶液：1 mL溶液含碳（C）1.0 mg。称取在120℃干燥2h的基准试剂邻苯二甲酸氢钾2.1254 g，加入水溶解，移入1000 mL容量瓶内，用水稀释至刻度，摇匀。

A.4.2.3 高纯氮气：纯度99.999%。

#### A.4.3 仪器和设备

有机碳（TOC）分析仪。

#### A.4.4 分析步骤

##### A.4.4.1 工作曲线的绘制

分别移取0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL的邻苯二甲酸氢钾标准溶液，置于100 mL的容量瓶中，用高纯水定容到刻度，摇匀。用有机碳（TOC）分析仪器制定工作曲线。

##### A.4.4.2 测定

称取约3 g样品，精确至0.0001 g。置于100 mL容量瓶中，用纯水稀释至刻度，摇匀。用有机碳（TOC）分析仪测定。

#### A.4.5 结果计算

总有机碳（以C计）的质量分数 $w_1$ 按式（A.1）计算：

$$w_1 = \frac{m_1 \times 10^3}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

$m_1$ ——测定试验溶液中的总有机碳的质量，单位为毫克（mg）；

$m$ ——试样的质量，单位为克（g）；

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于0.0002%。

### A.5 硫酸盐的测定

#### A.5.1 方法提要

原子由低能级跃迁到高能级所需要的能量，是由RF发生器产生高频电磁能，通过线圈耦合到由氩气流体的矩管，从而产生等离子体。测量标准溶液所发射的特征谱线的光强，再测量待测浓度的特征谱线强度，从而确定待测溶液的浓度。

#### A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 硝酸溶液：1+1。

A. 5. 2. 2 标准溶液：SO<sub>4</sub>标准储备液含量为1mg/mL。临用时用纯水配制成需要浓度的标准溶液。

### A. 5. 3 仪器和设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

### A. 5. 4 分析步骤

称取约3~4g试样，精确至0.0002g。置于100mL容量瓶中，加入5mL硝酸溶液，用水稀释到刻度，摇匀。在电感耦合等离子体发射光谱仪上选择SO<sub>4</sub>曲线进行测定。

### A. 5. 5 结果计算

硫酸盐(以SO<sub>4</sub>计)的质量分数w<sub>2</sub>按式(A.2)计算：

$$w_2 = \frac{m_1 \times 10^4}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

m<sub>1</sub>——仪器读数，单位为毫克每升 (mg/L)；

m——试样的质量，单位为克 (g)；

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于0.0005%。

## A. 6 铁 (以 Fe 计) 的测定

### A. 6. 1 试剂和材料

A. 6. 1. 1 硝酸溶液：1+1。

A. 6. 1. 2 标准溶液：Fe标准储备液含量为1mg/mL。临用时用纯水配制成需要浓度的标准溶液。

### A. 6. 2 仪器和设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

### A. 6. 3 分析步骤

称取约3~4g试样，精确至0.0002g。置于100mL容量瓶中，加入5mL硝酸溶液，用水稀释到刻度，摇匀。在电感耦合等离子体发射光谱仪上选择Fe曲线进行测定。

### A. 6. 4 结果计算

Fe(以Fe计)的质量分数w<sub>3</sub>按式(A.3)计算：

$$w_3 = \frac{m_1 \times 10^4}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

m<sub>1</sub>——仪器读数，单位为毫克每升 (mg/L)；

m——试样的质量，单位为克 (g)；

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于0.0002%。

## A. 7 汞 (以 Hg 计) 的测定

### A. 7. 1 方法提要

在酸性介质中，试样中汞被硼氢化钾 (KBH<sub>4</sub>) 还原成原子态汞，由载气 (氩气) 带入原子化器中，在特制汞空心阴极灯照射下，基态汞原子被激发至高能态，在去活化回到基态时，发射出特征波长的荧光，其荧光强度与汞含量成正比，与标准系列比较定量。

### A. 7. 2 试剂和材料

A. 7. 2. 1 盐酸溶液：1+1。

A. 7. 2. 2 氢氧化钠溶液：5g/L。

A. 7. 2. 3 硼氢化钾溶液：称取5.0g硼氢化钾，溶于5g/L的氢氧化钠溶液中，并稀释至1000mL，混匀，现用现配。

A. 7. 2. 4 汞标准溶液：1mL溶液含汞（Hg）0.010mg，即用即配。用移液管移取1mL按照HG/T 3696.2配制的汞标准溶液，置于100mL容量瓶中，用水稀释至刻度、摇匀。

A. 7. 2. 5 汞标准溶液：1mL溶液含汞（Hg）0.1 μg,即用即配。

A. 7. 2. 6 氙气：纯度应大于99.99%。

### A. 7. 3 仪器和设备

双道原子荧光光度计

### A. 7. 4 分析步骤

A. 7. 4. 1 仪器工作参数见表A.1。

表 A. 1 仪器工作参数表

待测元素	负高压 (V)	灯电流 (mA)	柱高 (mm)	载气 (mL/min)	屏蔽气 (mL/min)
Hg	230	15	10	300	900

### A. 7. 4. 2 标准系列溶液的配制

移取0.00mL, 1.00mL, 2.00mL, 4.00mL, 8.00mL, 10.00mL Hg标准溶液(100 μg/mL)于6个100mL的容量瓶中，分别加入10mL (1+1) HCl，用水稀释刻度，摇匀。在上述仪器工作参数条件下测标液的光强度，绘制标准曲线。

### A. 7. 4. 3 样品的处理和测定

称取0.5g试样（精确至0.0001g）于100mL容量瓶中，加入10mL (1+1) HCl，用水稀释至刻度，摇匀。在绘制好的工作曲线上测定。

### A. 7. 5 结果计算

汞(以Hg计)的质量分数 $w_4$ 按式 (A.4) 计算：

$$w_4 = \frac{c \times 10^{-4}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中：

$c$ ——仪器读数，单位为毫克每升 (mg/L)；

$m$ ——试样的质量，单位为克 (g)；



## 四、 酒石酸铁

英文名称：Iron tartrate

功能分类：抗结剂

### (一) 用量及使用范围

食品分类号	食品名称	最大使用量/(g/kg)	备注
12.01	盐及代盐制品	0.106	最大使用量以酒石酸铁含量计

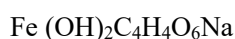
### (二) 质量规格要求

#### 1 范围

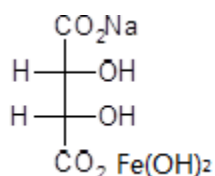
本质量规格要求适用于以 L-酒石酸、氢氧化钠与氯化铁为原料，经络合制得食品添加剂酒石酸铁。

#### 2 分子式、结构式和相对分子量

##### 2.1 分子式



##### 2.2 结构式



##### 2.3 相对分子量

261.93（按 2007 年国际相对原子质量）

#### 3 技术要求

3.1 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	深绿色	取适量试样置于 50mL 烧杯中，用目测法观察。
状态	液体	

3.2 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
内消旋酒石酸（以干基计二钠盐），w/%	≥ 37	附录 A 中 A.2
D-及 L-酒石酸（以干基计二钠盐），w/%	≥ 14	附录 A 中 A.2
草酸盐（以干基计草酸），w/%	≤ 1.5	附录 A 中 A.2
铁（Fe）（以干基计），w/%	≥ 8	GB/T 5009.90
水分，w/%	≥ 65	GB 5009.3
氯（Cl）（以干基计），w/%	≤ 25	GB/T 12457
钠（Na）（以干基计），w/%	≤ 23	GB/T 5009.91

砷 (As) / (mg/kg)	≤	3.0	GB 5009.76
铅 (Pb) / (mg/kg)	≤	5.0	GB 5009.12
汞 (Hg) / (mg/kg)	≤	1.0	GB 5009.17

## 附录 A 检验方法

### A.1 一般规定

本质量规格要求所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682中规定的三级水。试验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 内消旋酒石酸、D-及L-酒石酸、草酸含量的测定

#### A.2.1 方法提要

酒石酸铁与过量的氢氧化物反应分解，经过滤形成的  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 。使用有机酸色谱柱为固定相，将 0.01 mol/L 的硫酸作为流动相，利用液相色谱法分离组分。使用示差折光检测器检测，借助外标进行计算。

#### A.2.2 仪器与设备

A.2.2.1 高效液相色谱仪：示差折光检测器。

A.2.2.2 泵。

A.2.2.3 自动进样器：配备 20  $\mu\text{L}$  的样品回路。

A.2.2.4 分离柱：不锈钢管，长度 300 mm，内径 7.8 mm 有机色谱柱。

A.2.2.5 柱温箱。

A.2.2.6 数据采集与集成系。

A.2.2.7 注射器式滤器，直径 30 mm，精度 0.45  $\mu\text{m}$ ，色号：绿色。

#### A.2.3 试剂和材料

A.2.3.1 硫酸，浓度 0.01 mol/L。

A.2.3.2 一水合内消旋酒石酸，浓度 > 98 %。

A.2.3.3 D-酒石酸，浓度 > 99 %。

A.2.3.4 L-酒石酸，浓度 > 99 %。

A.2.3.5 二水合草酸，浓度 > 99 %。

A.2.3.6 氢氧化钠溶液，浓度 5 mol/L。

#### A.2.4 样品

试样贮存在密闭的棕色瓶中，与氧气隔离。如果样品瓶无法装满，需充入氮气将样品覆盖。避光（紫外线）并置于冰箱低温（4°C）保存。样品溶液在 2 周内保持稳定。

#### A.2.5 分析步骤

##### A.2.5.1 色谱条件

A.2.5.1.1 分离柱色谱柱：有机酸色谱柱，内径 300  $\times$  7.8 mm；

A.2.5.1.2 柱温：10°C；

A.2.5.1.3 流动相：硫酸（A.2.3.1）；

A.2.5.1.4 流速：0.3 ml/min；

A.2.5.1.5 进样体积：20  $\mu\text{L}$ ；

A.2.5.1.6 检测器：示差折光检测器。

##### A.2.5.2 标准溶液的配制

A.2.5.2.1 多组分标准溶液 A（2份）

向 50 mL 烧瓶中加入 50mg 至 60 mg 的一水合内消旋酒石酸 (A.2.3.2) 与 20mg 至 30mg 的 D-酒石酸 (A.2.3.3) 或 L-酒石酸 (A.2.3.4), 精确到 0.01mg。加入 50ml 的硫酸 (A.2.3.1) 溶解。确定总质量, 精确到 0.1mg。

配置第二份浓度不同的多组分标准溶液A, 其中, 一水合内消旋酒石酸 (A.2.3.2) 与D-酒石酸 (A.2.3.3) 或L-酒石酸 (A.2.3.4) 的含量应有轻微区别, 使测试样品的内消旋酒石酸和D-或L-酒石酸的含量在以上两个标准溶液A之间。

#### A. 2. 5. 2. 2草酸标准溶液B

称取 250 mg 的二水合草酸 (A.2.3.5), 精确到 0.1mg, 用硫酸 (A.2.3.1) 溶解并定容至 500 mL。确定总质量, 精确到 1 mg。

#### A. 2. 5. 3 多组分标准溶液 A 中内消旋酒石酸、D-及 L-酒石酸的浓度

按照A.2.5.6分析两个多组分标准溶液A。

用移液管抽取标准溶液A注入小玻璃瓶中, 待分析。

多组分标准溶液A中内消旋酒石酸、D-及L-酒石酸的浓度分别按照公式 (A.1)、(A.2)、(A.3)、(A.4) 计算。

内消旋酒石酸的质量 $M_1$ :

$$M_1 = M_{cq1} \times \left[ \frac{150.1 \times X}{168.1 \times 100} \right] \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

- $M_1$  ——多组分标准溶液A中内消旋酒石酸的质量, 单位为毫克 (mg);
- $M_{cq1}$  ——多组分标准溶液A一水内消旋酒石酸的质量, 单位为毫克 (mg);
- $X$  ——标准物质中内消旋酒石酸的质量百分数;
- 150.1 ——内消旋酒石酸的分子量;
- 168.1 ——一水合内消旋酒石酸的分子量;
- 100 ——换算因子。

D-及L-酒石酸的质量 $M_2$ :

$$M_2 = M_{cq2} + M_{cq1} \times \left[ \frac{150.1 \times Y}{168.1 \times 100} \right] \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

- $M_2$  ——多组分标准溶液A中无水D-及L-酒石酸的质量, 单位为毫克 (mg);
- $M_{cq1}$  ——多组分标准溶液A中一水内消旋酒石酸的质量, 单位为毫克 (mg);
- $M_{cq2}$  ——多组分标准溶液A中无水D-或L-酒石酸的质量, 单位为毫克 (mg);
- $Y$  ——标准物质中无水D-及L-酒石酸的质量百分数;
- 150.1 ——内消旋酒石酸的分子量;
- 168.1 ——一水合内消旋酒石酸的分子量;
- 100 ——换算因子。

多组分标准溶液A中, 内消旋酒石酸的浓度 $x_1$ 、D-及L-酒石酸的浓度 $x_2$ , 按式 (A.3)、(A.4) 计算:



$$x_1 = \frac{M_1}{M_t} \dots\dots\dots (A.3)$$

$$x_2 = \frac{M_2}{M_t} \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

- $M_t$  ——多组分标准溶液A的质量, 单位为克 (g);
- $M_1$  ——多组分标准溶液A中, 内消旋酒石酸的质量, 单位为毫克 (mg);
- $M_2$  ——多组分标准溶液A中, D-及L-酒石酸的质量, 单位为毫克 (mg)。

#### A. 2. 5. 4 草酸标准溶液 B 中草酸的浓度

按照表A.1制备校准溶液(I-VII): 用移液枪分别转移以下体积的草酸标准溶液B至7个50mL的烧瓶中, 待分析。

表A.1 校准溶液

溶液(mL)	I	II	III	IV	V	VI	VII
草酸标准溶液B(A.2.5.2.2)	0	0.2	1.0	2.5	5.0	7.5	10.0

添加50mL的硫酸(A. 2. 3. 1) 确定总质量, 将结果精确到0.1mg。用表A. 1中7个标准溶液来绘制曲线计算方程(A. 2. 6. 1. 2)。

草酸标准溶液B中草酸的浓度按公式(A.5)、(A.6)计算:

草酸的质量 $M_3$ :

$$M_3 = M_{cqs} \times \frac{90.0}{126.1} \dots\dots\dots (A.5)$$

式中:

- $M_3$  ——草酸标准溶液B中草酸的含量, 单位为毫克 (mg);
- $M_{cqs}$  ——草酸标准溶液B中二水合草酸的含量, 单位为毫克 (mg);
- 90.0 ——草酸的分子量;
- 126.1 ——二水合草酸的分子量。

草酸标准溶液B中, 草酸浓度 $x_3$ :

$$x_3 = \frac{M_3}{M_t} \frac{V_c}{M_{aq}} \dots\dots\dots (A.6)$$

式中:

- $M_t$  ——草酸标准溶液B的质量, 单位为克 (g);
- $M_3$  ——草酸标准溶液B中草酸的质量, 单位为毫克 (mg);
- $V_c$  ——表A.1中, 抽取的草酸标准溶液B的质量, 单位为克 (g);
- $M_{aq}$  ——表A.1中, 配制好的草酸标准溶液B的质量, 单位为毫克 (mg)。

#### A. 2. 5. 5 测试样品

称取500mg样品, 置于50 mL烧瓶中, 使用25mL水稀释, 加入1mL NaOH溶液(A.2.3.6),

静置至少1h使得Fe(OH)<sub>3</sub>充分沉淀。确定总质量，精确到0.1 mg。测试样品溶液经注射器式滤器过滤后，注入小玻璃瓶中，待分析。

#### A. 2. 5. 6 测定

分别注射 20 μL 的多组分标准溶液 A (A.2.5.2.1)，草酸标准溶液 B (A.2.5.4)，和过滤后的测试样品溶液 (A.2.5.5) 到液相色谱仪中。使用折光率检测器记录液相色谱法的结果，并确定各组分的峰值面积 (=A)。

#### A. 2. 6 结果计算

##### A. 2. 6. 1 标准曲线绘制

A. 2. 6. 1. 1 标准曲线的测量范围见表A.2。

表 A. 2 标准曲线的测量范围

组分	标样浓度范围	mTA浓溶液测量范围
内消旋-酒石酸	45 mg~55mg	9%~11%
D-及L-酒石酸	20 mg~30mg	4%~6%
草酸	0.05 mg~2.5mg	0.01%~0.5%

按照A.2.5.6，测试两份多组分标准溶液A (A.2.5.2.1)，对相应峰面积进行积分。以组分q的浓度为横坐标，组分q的峰面积为纵坐标绘制标准曲线并计算回归方程式 (A.7)。

##### A. 2. 6. 1. 2 组分q(内消旋酒石酸、D-及L-酒石酸和草酸)校准函数

组分q标准曲线的截距 $a_q$ 和斜率 $b_q$ ，按照校准函数 (A.7) 计算：

$$y = a_q + b_q x \dots\dots\dots (A.7)$$

式中：

$a_q$  ——组分q标准曲线的截距；

$b_q$  ——组分q标准曲线的斜率；

$Y$  ——标准样中组分q的峰面积 (Ac)；

$x$  ——标准样中组分q的浓度，单位为毫克每克 (mg/g)，由式 (A.3) (A.4) (A.6) 计算。

##### A. 2. 6. 2 测试样品中各组分q的浓度

测试样品中各组分浓度 $c(q)$ 按式 (A.8) 计算：

$$c(q) = \frac{(A_{2q} - a_q) \times M}{M_s \times b_q} \times 100\% \dots\dots\dots (A.8)$$

式中：

$a_q$  ——组分q标准曲线的截距；

$b_q$  ——组分q标准曲线的斜率；

$Asq$  ——测试样品溶液中组分q的峰面积；

$Ms$  ——测试部分的质量，单位为毫克 (mg)；

$M$  ——50mL烧瓶 (A.2.5.5) 中组分的质量，单位为克 (g)。

##### A. 2. 7 精密度

取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

## 五、茶黄素

英文名称: Theaflavins

功能分类: 抗氧化剂

### (一) 用量及使用范围

食品分类号	食品名称	最大使用量/(g/kg)	备注
02.0	脂肪, 油和乳化脂肪制品	0.4	
02.01	基本不含水的脂肪和油	0.4	
04.05.02.01	熟制坚果与籽类(仅限油炸坚果与籽类)	0.2	
04.05.02.03	坚果与籽类罐头	0.2	
05.02.01	胶基糖果	0.4	
06.03.02.05	油炸面制品	0.2	
06.06	即食谷物, 包括碾轧燕麦(片)	0.2	
06.07	方便米面制品	0.2	
07.0	焙烤食品	0.4	
08.02	预制肉制品	0.3	
08.03	熟肉制品	0.3	
09.0	水产及其制品(包括鱼类、甲壳类、贝类、软体类、棘皮类等水产及其加工制品等)	0.3	
09.03	预制水产品(半成品)	0.3	
12.10	复合调味料	0.1	
14.03.02	植物蛋白饮料	0.1	
14.04	碳酸饮料	0.2	
14.06	固体饮料	0.8	
14.07	特殊用途饮料	0.2	
14.08	风味饮料	0.2	
14.09	其他类饮料	0.2	
16.01	果冻	0.2	如用于果冻粉, 按冲调倍数增加使用量
16.02.02	茶制品(包括调味茶和代用茶)	0.2	
16.06	膨化食品	0.2	

### (二) 质量规格要求

#### 1 范围

本质量规格要求适用于以新鲜茶叶或茶多酚为原料, 利用新鲜茶叶中天然含有的多酚氧化酶系, 经生物发酵, 乙酸乙酯浸提、食品工业用吸附树脂纯化, 再经浓缩、干燥制得的食物添加剂茶黄素。

#### 2 技术要求

2.1 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	茶褐色或棕黄色	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。
状态	粉末	

2.2 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
茶黄素, w/%	≥ 20.0	附录 A 中 A.3
咖啡碱, w/%	≤ 5.0	GB/T 8312
水分, w/%	≤ 6.0	GB/T 8304 <sup>a</sup>
总灰分, w/%	≤ 2.0	GB/T 8306
砷 (以 As 计) / (mg/kg)	≤ 2.0	GB 5009.11
重金属 (以 Pb 计) / (mg/kg)	≤ 10	GB5009.74

<sup>a</sup>干燥温度和时间分别为 105℃±2℃和 4h。

2.3 微生物指标：应符合表 3 的规定。

表 3 微生物指标

项 目	限量 (若非指定, 均以/25g 表示)	检验方法
菌落总数/ (CFU/g)	≤ 1000	GB 4789.2
霉菌和酵母/ (CFU/g)	≤ 100	GB 4789.15
大肠菌群/ (MPN/g)	≤ 3.0	GB 4789.3
大肠埃希氏菌	不得检出	GB 4789.38
沙门氏菌	不得检出	GB 4789.4

## 附录A

### 检验方法

#### A.1 一般规定

本质量规格要求除另有规定外，所用试剂均为分析纯，所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，应按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备，试验用水应符合 GB/T 6682 的规定。试验中所用溶液在未注明用何种溶液配制时，均指水溶液。

#### A.2 鉴别试验

##### A.2.1 颜色反应

铝盐与茶黄素复合产生红色，于波长 525nm 具有最大吸收。

取 1mL 浓度为 0.2mg/mL 的茶黄素甲醇溶液，置于 10mL 容量瓶，加入 2mL 浓度为 0.1mol/L 的三氯化铝溶液，甲醇定容，充分显色 20min，于 525nm 具有最大吸收。

##### A.2.2 指纹图谱分析

A.2.2.1 标准溶液的制备：称取茶黄素标准品（茶黄素含量≥80%）10mg，用 95%的乙醇溶液溶解成 50mL，经 0.45μm 的滤膜过滤。

A.2.2.2 样品的制备：称取样品 0.1g，用 15mL 乙醇溶解后移入 100mL 容量瓶内，用蒸馏水定容至 100mL，混匀，经 0.45μm 的滤膜过滤。

##### A.2.2.3 色谱条件：

- 色谱柱：C18 反相色谱柱 5.0um×4.6mm×200mm；
- 流动相：A 0.1%磷酸溶液，经 0.45μm 的滤膜过滤；

B 乙腈(色谱纯)。

- c) 柱温: 35.0°C;
- d) 流速: 2.0mL/min;
- e) 波长: 380nm;
- f) 洗脱梯度见表 A.1。

表 A.1 洗脱梯度

时间 (min)	A%	B%
0	90	10
0.5	90	10
5	79	21
25	74	26
28	90	10

A. 2. 2. 4 测定: 取标准溶液和样品溶液 10 $\mu$ L, 注入色谱仪, 测定, 绘制标准图谱, 和样品的图谱相比较。

A. 2. 2. 5 指纹图谱见图 A. 1。

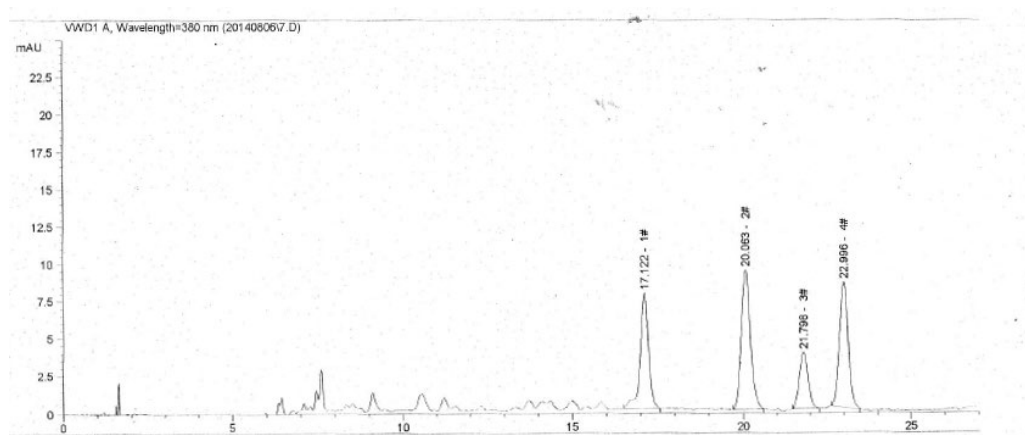


图 A.1 指纹图谱

### A. 3 茶黄素含量的测定

#### A. 3.1 试剂和材料

- A. 3.1.1 95%的乙醇。
- A. 3.1.2 乙酸乙酯(分析纯)。
- A. 3.1.3 碳酸氢钠(分析纯)。

#### A. 3.2 仪器和设备

紫外可见分光光度计。

#### A. 3.3 操作步骤

准确称量 0.1g 样品, 用水定容至 100mL, 摇匀, 准确移取均匀试液 30mL 于 60mL 筒形分液漏斗中, 迅速加入 30mL 乙酸乙酯, 震荡 5min, 静置分层, 移取酯相 15mL 至另一 30mL 筒形分液漏斗中, 并加入 15mL 现配的 2.5%碳酸氢钠溶液, 再震荡 30s, 最后移取酯相 4mL 至 25mL 容量瓶中, 并加入乙醇溶液定容, 充分摇匀。以乙醇溶液为空白, 1cm 比色杯 380nm 下测定吸光值 A。

#### A. 3.4 标准曲线的制作

称取 80%的标准品 0.1g, 于 100mL 容量瓶中做母液。分别移取 0 mL、5mL、10mL、15mL、20mL 用乙醇定容至 100mL, 配成标准溶液, 于 380nm 处测定吸光值, 绘成标准曲线, 其中斜率为 a, 截距为 b。

### A. 3. 5 计算

茶黄素的质量分数  $w$  按式(A.1)计算:

$$w = \frac{E \times 100 \times 25/4}{m \times (1 - w_1) \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

E——根据标准曲线计算的样品浓度, 单位为毫克每毫升 (mg/mL),  $E=aA+b$  (A 为吸光值);

m——试样的质量, 单位为克 (g);

$w_1$ ——试样的干燥失重, %;

100——定容至 100mL;

25/4 ——4mL 稀释到 25mL;

1000 ——单位值换算 1g=1000mg。

---

## 六、 2(4)-乙基-4(2),6-二甲基二氢-1,3,5-二噻嗪

英文名称：2(4)-Ethyl-4(2),6-dimethyldihydro-1,3,5-dithiazinane

功能分类：食品用香料

### (一) 用量及使用范围

配制成食品用香精用于各类食品（GB2760-2014 表 B.1 食品类别除外），用量为按生产需要适量使用。

### (二) 质量规格要求

#### 1 范围

本质量规格要求适用于由丙醛、硫化氢、乙醛和氨等为原料经化学反应制得的食物添加剂 2(4)-乙基-4(2),6-二甲基二氢-1,3,5-二噻嗪。

#### 2 化学名称、分子式、结构式、分子量

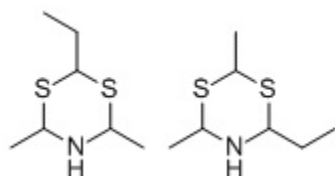
##### 2.1 化学名称

2(4)-乙基-4(2),6-二甲基二氢-1,3,5-二噻嗪

##### 2.2 分子式

$C_7H_{15}NS_2$

##### 2.3 结构式



##### 2.4 相对分子质量

312.51（按 2007 年国际相对原子质量）

#### 3 技术要求

3.1 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	浅黄色	将试样置于比色管内，用目测法观察。
状态	液体	
香气	葱蒜样气息	GB/T 14454.2

3.2 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
含量，w/%	$\geq$ 90.0（2-乙基-4,6-二甲基二氢-1,3,5-二噻嗪和 4-乙基-2,6-二甲基二氢-1,3,5-二噻嗪两个异构体之和） <sup>a</sup>	附录 A

折光指数(20℃)	1.543~1.546	GB/T 14454.4
相对密度(25℃/25℃)	1.072~1.075	GB/T 11540
a 次要组分为 3,5-二乙基-1,2,4-三硫杂环戊烷 和 2,4,6-三甲基二氢-4H-1,3,5-二噻嗪		

## 附录A

### 2(4)-乙基-4(2), 6-二甲基二氢-1, 3, 5-二噻嗪含量的测定

#### A. 1 仪器和设备

A. 1. 1 色谱仪：按 GB/T 11538—2006 中第 5 章的规定。

A. 1. 2 柱：毛细管柱。

A. 1. 3 检测器：氢火焰离子化检测器。

#### A. 2 测定方法

面积归一化法：按 GB/T 11538—2006 中 10.4 测定含量。

#### A. 3 重复性及结果表示

按 GB/T 11538—2006 中 11.4 规定进行，应符合要求。

食品添加剂 2(4)-乙基-4(2),6-二甲基二氢-1,3,5-二噻嗪气相色谱图及操作条件参见附录

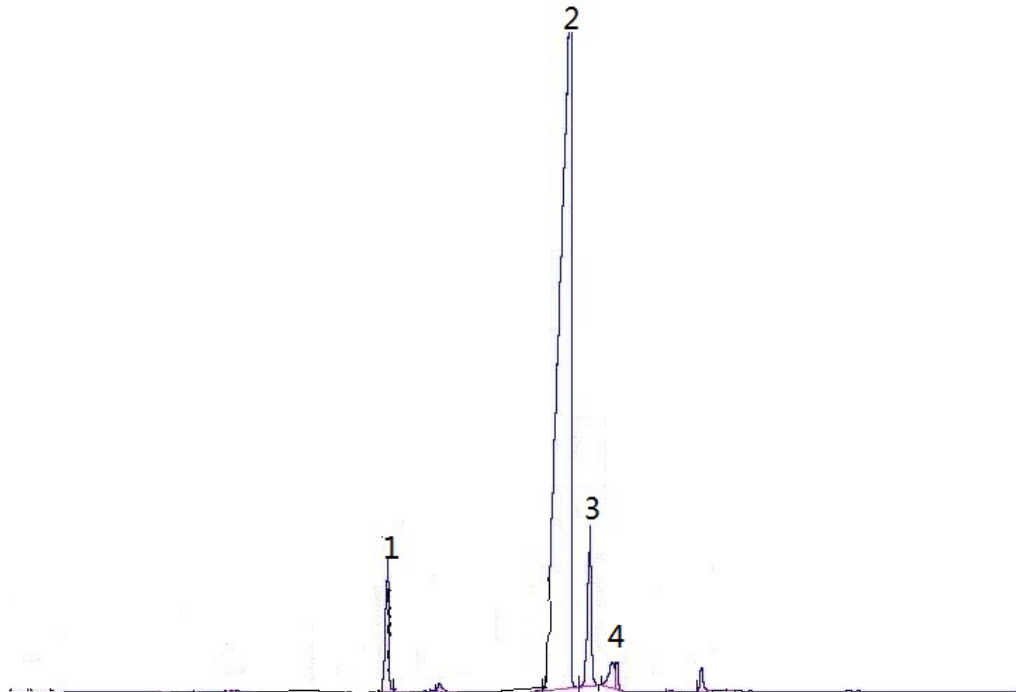
B。

## 附录 B

### 食品添加剂 2(4)-乙基-4(2), 6-二甲基二氢-1, 3, 5-二噻嗪气相色谱图及操作条件 (面积归一化法)

#### B. 1 食品添加剂 2(4)-乙基-4(2), 6-二甲基二氢-1, 3, 5-二噻嗪气相色谱图

食品添加剂 2(4)-乙基-4(2),6-二甲基二氢-1,3,5-二噻嗪气相色谱图见图 B.1。



说明：

- 1——2,4,6-三甲基二氢-4H-1,3,5-二噻嗪；
- 2——2-乙基-4,6-二甲基二氢-1,3,5-二噻嗪；
- 3——4-乙基-2,6-二甲基二氢-1,3,5-二噻嗪；
- 4——3,5-二乙基-1,2,4-三硫杂环戊烷。



图 B.1 食品添加剂 2(4)-乙基-4(2),6-二甲基二氢-1,3,5-二噻嗪气相色谱图

B.2 操作条件

B.2.1 柱：毛细管柱，长 50 m，直径 0.32 mm。

B.2.2 固定相：聚乙二醇 20000。

B.2.3 膜厚：0.50  $\mu\text{m}$ 。

B.2.4 色谱炉温度：75  $^{\circ}\text{C}$  恒温 4 min，然后线性程序升温从 75  $^{\circ}\text{C}$  至 225  $^{\circ}\text{C}$ ，速率 5  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，最后在 225  $^{\circ}\text{C}$  恒温 10 min。

B.2.5 进样口温度：250  $^{\circ}\text{C}$ 。

B.2.6 检测器温度：250  $^{\circ}\text{C}$ 。

B.2.7 检测器：氢火焰离子化检测器。

B.2.8 载气：氮气。

B.2.9 柱前压：0.06 MPa。

B.2.10 进样量：0.1  $\mu\text{L}$ 。

B.2.11 分流比：75:1。

---

## 七、 3-庚基二氢-5-甲基-2(3H)-呋喃酮

英文名称: 3-Heptyldihydro-5-methyl-2(3H)-furanone

功能分类: 食品用香料

### (一) 用量及使用范围

配制成食品用香精用于各类食品(GB2760-2014表B.1食品类别除外),用量为按生产需要适量使用。

### (二) 质量规格要求

#### 1 范围

本质量规格要求适用于由3-乙酰基-5-甲基二氢-2(3H)-呋喃酮和庚醛为原料经化学反应制得的食品添加剂3-庚基二氢-5-甲基-2(3H)-呋喃酮。

化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

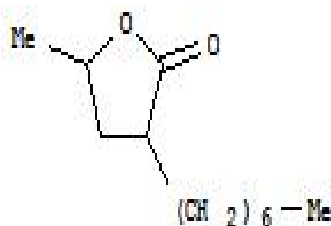
#### 2.1 化学名称

3-庚基二氢-5-甲基-2(3H)-呋喃酮

#### 2.2 分子式

$C_{12}H_{22}O_2$

#### 2.3 结构式



#### 2.4 相对分子质量

198.31(按2007年国际相对原子质量)

技术要求

3.1 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	无色	将试样置于比色管内,用目测法观察。
状态	液体	
香气	果香	GB/T 14454.2

3.2 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
含量, w/%	≥ 95.0 (顺反异构体之和)	附录 A
折光指数(20 °C)	1.443~1.450	GB/T 14454.4
相对密度(25 °C/25 °C)	0.928~0.942	GB/T 11540

### 附录 A

#### 3-庚基二氢-5-甲基-2(3H)-呋喃酮含量的测定

##### A.1 仪器和设备

A.1.1 色谱仪:按GB/T 11538—2006中第5章的规定。

A.1.2 柱:毛细管柱。

A.1.3 检测器:氢火焰离子化检测器。

## A.2 测定方法

面积归一化法：按 GB/T 11538—2006 中 10.4 测定含量。

## A.3 重复性及结果表示

按 GB/T 11538—2006 中 11.4 规定进行，应符合要求。

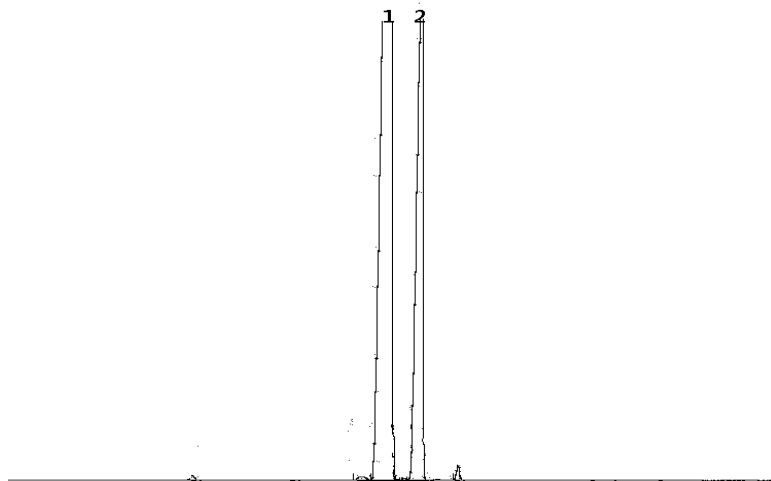
食品添加剂 3-庚基二氢-5-甲基-2(3H)-呋喃酮气相色谱图及操作条件参见附录 B。

## 附录 B

### 食品添加剂 3-庚基二氢-5-甲基-2(3H)-呋喃酮气相色谱图及操作条件 (面积归一化法)

#### B.1 食品添加剂 3-庚基二氢-5-甲基-2(3H)-呋喃酮气相色谱图

食品添加剂 3-庚基二氢-5-甲基-2(3H)-呋喃酮气相色谱图见图 B.1。



说明：

- 1——顺式-3-庚基二氢-5-甲基-2(3H)-呋喃酮；
- 2——反式-3-庚基二氢-5-甲基-2(3H)-呋喃酮。

图 B.1 食品添加剂 3-庚基二氢-5-甲基-2(3H)-呋喃酮气相色谱图

#### B.2 操作条件

B.2.1 柱：毛细管柱，长25 m，内径0.20 mm。

B.2.2 固定相：聚乙二醇20000。

B.2.3 膜厚：0.20 μm。

B.2.4 色谱炉温度：75 °C 恒温4 min，然后线性程序升温从75 °C至225 °C，速率8 °C/min，最后在225 °C 恒温8 min。

B.2.5 进样口温度：250 °C。

B.2.6 检测器温度：250 °C。

B.2.7 检测器：氢火焰离子化检测器。

B.2.8 载气：氮气。

B.2.9 柱前压：0.06 MPa。

B.2.10 进样量：0.1 μL。

B.2.11 分流比：75:1。

## 八、 香兰醇

英文名称：Vanillyl alcohol

功能分类：食品用香料

### （一） 用量及使用范围

配制成食品用香精用于各类食品（GB2760-2014 表 B.1 食品类别除外），用量为按生产需要适量使用。

### （二） 质量规格要求

#### 1 范围

本质量规格要求适用于由香兰素为原料经化学反应制得的食物添加剂香兰醇。

化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

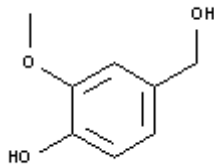
#### 2.1 化学名称

4-羟基-3-甲氧基苄醇

#### 2.2 分子式

$C_8H_{10}O_3$

#### 2.3 结构式



#### 2.4 相对分子质量

154.17(按 2007 年国际相对原子质量)

技术要求

#### 3.1 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	白色至浅黄色，久置成棕黄色	将试样置于一洁净白纸上，用目测法观察。
状态	结晶性粉末	
香气	温和的甜香、膏香、香兰素样香气	GB/T 14454.2

#### 3.2 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
含量，w/%	≥ 98.0	附录 A

### 附录 A

#### 香兰醇含量的测定

##### A.1 仪器和设备

A.1.1 色谱仪：按GB/T 11538—2006中第5章的规定。

A.1.2 柱：毛细管柱。

A.1.3 检测器：氢火焰离子化检测器。

##### A.2 测定方法

面积归一化法：按 GB/T 11538—2006 中 10.4 测定含量。

试样制备：称取试样 2 g 溶于 1 mL 无水乙醇中，摇匀备用

### A.3 重复性及结果表示

按 GB/T 11538—2006 中 11.4 规定进行，应符合要求。

食品添加剂香兰醇气相色谱图及操作条件参见附录 B。

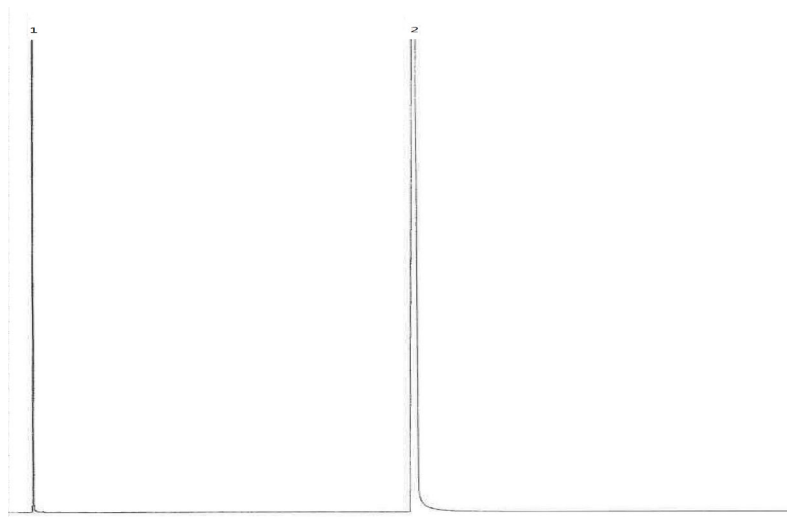
## 附录 B

### 食品添加剂香兰醇气相色谱图及操作条件

(面积归一化法)

#### B.1 食品添加剂香兰醇气相色谱图

食品添加剂香兰醇气相色谱图见图 B.1。



说明：

1——乙醇(溶剂)；

2——香兰醇。

图 B.1 食品添加剂香兰醇气相色谱图

#### B.2 操作条件

B.2.1 柱：毛细管柱，长25 m，内径0.20 mm。

B.2.2 固定相：聚乙二醇20000。

B.2.3 膜厚：0.33  $\mu\text{m}$ 。

B.2.4 色谱炉温度：75  $^{\circ}\text{C}$ 恒温4 min，然后线性程序升温从75  $^{\circ}\text{C}$ 至225  $^{\circ}\text{C}$ ，速率8  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，最后在225  $^{\circ}\text{C}$ 恒温8 min。

B.2.5 进样口温度：250  $^{\circ}\text{C}$ 。

B.2.6 检测器温度：250  $^{\circ}\text{C}$ 。

B.2.7 检测器：氢火焰离子化检测器。

B.2.8 载气：氮气。

B.2.9 柱前压：0.06 MPa。

B.2.10 进样量：0.1  $\mu\text{L}$ 。

B.2.11 分流比：75:1。

# 九、 6-[5(6)-癸烯酰氧基]癸酸

英文名称：6-[5(6)-Decenoyloxy]decanoic acid

功能分类：食品用香料

## (一) 用量及使用范围

配制成食品用香精用于各类食品（GB2760-2014 表 B.1 食品类别除外），用量为按生产需要适量使用。

## (二) 质量规格要求

### 1 范围

本质量规格要求适用于由戊位癸内酯为原料经过水解、脱水、蒸馏制得的食物添加剂6-[5(6)-癸烯酰氧基]癸酸。

### 2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

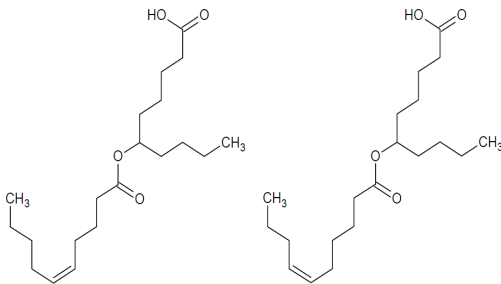
#### 2.1 化学名称

6-[5(6)-癸烯酰氧基]癸酸

#### 2.2 分子式

$C_{20}H_{36}O_4$

#### 2.3 结构式



#### 2.4 相对分子质量

340.5（按2007年国际相对原子质量）

### 3 技术要求

3.1 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	无色至淡黄色	将试样置于比色管内，用目测法观察。
状态	液体	
气味	乳样香气	GB/T14454.2

1.2 技术要求：应符合表 2 的规定。

表 2 技术要求

项 目	指 标	检验方法
6-(5(6)-癸烯酰氧基)癸酸含量(GC，面积归一化法)， w/%	≥ 96	GB/T 11538
折光指数（20 ℃）	1.4550~1.4620	GB/T 14454.4
相对密度（20 ℃/20 ℃）	0.9520~0.9620	GB/T 11540

# 十、葡萄糖基甜菊糖苷

英文名称: Glucosyl Steviol Glycosides

功能分类: 食品用香料

## (一) 用量及使用范围

配制成食品用香精用于各类食品 (GB2760-2014 表 B.1 食品类别除外), 用量为按生产需要适量使用。

## (二) 质量规格要求

### 1 范围

本质量规格要求适用于以甜叶菊 (*Stevia Rebaudiana Bertoni*) 叶为原料, 经酶法对在甜叶菊叶中提取的甜菊糖苷进行葡萄糖基化, 然后经蒸发浓缩、喷雾干燥而得食品添加剂葡萄糖基甜菊糖苷。

### 2 技术要求

2.1 感官要求: 应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项 目	指 标	检验方法
色泽	白色或淡黄色	取适量样品置于清洁、干燥的玻璃皿中, 在自然光线下, 观察其色泽和状态。
性状	粉末状	

2.2 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	
葡萄糖基甜菊糖苷 (GSG), w/%	≥	75.0	附录 A 中 A.3
瑞鲍迪苷A+甜菊苷, w/%	≤	6.0	
瑞鲍迪苷A, w/%	≤	4.0	
甜菊苷, w/%	≤	4.0	
麦芽糊精, w/%	≤	20.0	
旋光度		+65° ~ +75°	GB/T 14454.5
相对密度		0.2~0.6	GB/T 11540
pH		4.5~7.0	GB/T 9724

## 附录 A

### 检验方法

#### A.1 一般规定

本质量规格要求所用试剂和水, 在没有注明其他要求时, 均指分析纯试剂和GB/T 6682中规定的三级水。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

白色或淡黄色粉末, 易溶于水, 微溶于乙醇。

#### A.3 葡萄糖基甜菊糖苷, 甜菊糖苷, 麦芽糊精的测定方法

##### A.3.1 原理

通过吸附色谱法和高效液相色谱法能够测定甜菊糖苷总含量 (TSG)、残余麦芽糊精 (RD)、未反应的甜菊糖苷以及葡萄糖基甜菊糖苷比例。

##### A.3.2 范围

围绕含有 $\alpha$ -1, 4-葡萄糖基甜菊糖苷 (GSG) 混合物的终产品, 并适用于甜菊糖苷总含量以干基计在60~102%范围内的固体样品。

### A. 3. 3设备和试剂

- A. 3. 3. 1 高效液相色谱法 (HPLC)；设备需配备二元泵，自动取样器，柱温箱和DAD检测器，接口与数据采集软件；
- A. 3. 3. 2 HPLC氨基柱，4.6mm x 250mm，5μm颗粒；
- A. 3. 3. 3 精确度为0.0001g的分析天平；
- A. 3. 3. 4 卡尔费休库仑滴定仪；
- A. 3. 3. 5 实验室用真空旋转蒸发仪；
- A. 3. 3. 6 真空烘箱；
- A. 3. 3. 7 水分仪；
- A. 3. 3. 8 真空溶剂过滤系统，全玻璃材质；
- A. 3. 3. 9 真空系统过滤器：聚丙烯材质，0.2μm，47mm；
- A. 3. 3. 10 A级容量瓶和移液管；
- A. 3. 3. 11 装满200 mL 大孔吸附树脂的玻璃柱（内径为25mm）；
- A. 3. 3. 12 乙腈，HPLC等级；
- A. 3. 3. 13 水，HPLC等级；
- A. 3. 3. 14 乙醇、试剂等级、系统设备，或其他等效物；
- A. 3. 3. 15 瑞鲍迪昔A标准品；
- A. 3. 3. 16 甜菊苷标准品；
- A. 3. 3. 17 瑞鲍迪昔C标准品；
- A. 3. 3. 18 瑞鲍迪昔F标准品；
- A. 3. 3. 19 杜克昔A标准品；
- A. 3. 3. 20 甜茶苷标准品；
- A. 3. 3. 21 醋酸铵，试剂等级；
- A. 3. 3. 22 冰醋酸，试剂等级。

### A. 3. 4 安全注意事项

- A. 3. 4. 1 在处理材料、清理溢出液体和废物时，应始终遵循危险化学品安全措施与应急处置原则。
- A. 3. 4. 2 对于上述步骤中所使用的化学品，应遵守物料安全数据表中列出的所有预防措施及危险注意事项。
- A. 3. 4. 3 甜菊糖苷通常为粉末状，在抖动、投料及搅拌过程中，易产生空气粉尘，可能会吸入到人的口、鼻中产生不适，因此需要谨慎操作避免产生粉尘。

### A. 3. 5 步骤

#### A. 3. 5. 1 TSG

试验溶液——准确称取约5g GSG，并将其倒入250mL水中溶解。以小于15mL/min的速率，将溶液加入装有200mL的大孔树脂的玻璃柱内（内径为25mm），然后用1000mL水冲洗树脂。以15mL/min或更低的速率使用1000mL50%（体积）乙醇洗脱所吸附的甜菊糖苷。将所收集的乙醇洗脱物和水洗液蒸发至干燥，然后将它们置于真空烘箱中，在105 °C 的温度下干燥两个小时。对每一组分的干重进行称重并记录。通过公式计算TSG和RD的含量（%）。

TSG的质量分数 $w_1$ 按式（A.1）计算，RD含量的质量分数 $w_2$ 按式（A.2）计算：

$$w_1 = \frac{m_1}{m_2 \times (100 - w_h) \times 10^{-2}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

$m_1$ ——干燥后乙醇组分总量，单位为克（g）；

$m_2$ ——原样品的湿重，单位为克（g）；

$w_h$ ——含水率（%）；

$$w_2 = \frac{m_3}{m_2 \times (100 - w_h) \times 10^{-2}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

$m_3$ ——干燥后水组分总量，单位为克（g）；

$m_2$ ——原样品的湿重，单位为克（g）；

$w_h$ ——含水率（%）；



验收标准:

样品回收率必须在98.0%到102.0%之间, 样品回收率 $w_3$ 按式(A.3)计算:

$$w_3 = w_1 + w_2 \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

$w_1$ ——TSG总含量的质量分数(%) ;

$w_2$ ——RD的含量的质量分数(%) ;

水洗液中甜菊糖苷含量低于10mg/L的, 必须通过HPLC对其水洗液进行检测。

#### A. 3. 5. 2未反应的甜菊糖苷含量

称取约3g GSG, 并将其倒入缓冲液(A.3.6.1.2)中溶解, 以配制100mL的溶液, 将其作为试验溶液。HPLC测定法按照甜菊糖苷的HPLC测定步骤(A.3.6.1)来测定未反应的甜菊糖苷(SG)的含量。样品的色谱图符合示例色谱图。通过下列从甜菊糖苷(A.3.5.1)的总含量中计算 $\alpha$ -葡萄糖基甜菊糖苷的含量,  $\alpha$ -葡萄糖基甜菊糖苷的含量的质量分数 $w_\alpha$ 按式(A.4)计算:

$$w_\alpha = w_1 - w_4 \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

$w_1$ ——TSG的质量分数(%) ;

$w_4$ ——未反应的甜菊糖苷含量的质量分数(%) ;

#### A. 3. 5. 3 $\alpha$ -葡萄糖基甜菊糖苷的比例

称取约5g 的GSG, 并溶解于水, 以配制出100mL的溶液, 将其作为试验溶液。

HPLC分析依据葡萄糖基甜菊糖苷的HPLC测定步骤(A.3.6.2)来测定 $\alpha$ -葡萄糖基甜菊糖苷的面积比(%)。

从 $\alpha$ -葡萄糖基甜菊糖苷的含量(A.3.5.2)中计算 $\alpha$ -葡萄糖基甜菊糖苷的比例,  $\alpha$ -葡萄糖基甜菊糖苷的比例 $w_5$ 按式(A.5)计算:

$$w_5 = w_\alpha \times A_1 \times 10^{-2} \quad \dots\dots\dots (A.5)$$

式中:

$w_\alpha$ —— $\alpha$ -葡萄糖基甜菊糖苷的含量的质量分数(%) ;

$A_1$ —— $\alpha$ -葡萄糖基甜菊糖苷的面积比;

### A. 3. 6 HPLC分析

#### A. 3. 6. 1 甜菊糖苷HPLC分析

##### A. 3. 6. 1. 1 标准品和样品的水分平衡

甜菊糖苷是亲水化合物。标准品和样品在分析前应达到水分平衡。标准品和样品应与分析天平置于同一室内, 称重前应暴露放置在空气中不得少于24h, 间歇搅拌干粉确保样品均匀吸湿。在称重时, 应当使用卡尔费休库仑滴定仪测定所有标准品的水分值。样品中的水分值应用干燥失重法在105 °C 的温度下进行测定。也可使用其它水分仪, 将温度设置在105°C 。

##### A. 3. 6. 1. 2 配制流动相溶液

根据需要可以适当配制流动相溶液体积。

含水缓冲液(0.0125%醋酸、0.0125%醋酸铵)——该缓冲液是由在1L水中溶解0.125g 醋酸铵(NH<sub>4</sub>OAc)和125 $\mu$ L冰醋酸(乙酸)制备的。

流动相(乙腈: 缓冲液)——乙腈和缓冲液混合以制备乙腈比含水缓冲液为80: 20比例(%体积)的流动相溶液。将乙腈和含水缓冲液以适当的量添加在一起, 使溶液达到室温并对溶液进行脱气处理。

稀释液(100%缓冲液)——过滤1000 mL含水缓冲液, 并即刻使用。

##### A. 3. 6. 1. 3 配制标准溶液

Reb-A标准曲线——Reb-A曲线由5个浓度在200mg/L~2000mg/L的点组成。分别称取Reb-A(已经水分平衡)样品5 mg、10 mg、25 mg、40 mg和50mg ( $\pm 2$ mg), 用稀释液将其分别溶于25 mL的容量瓶中并定容。

甜菊苷标准曲线——甜菊苷校准曲线由分布在2.5mg/L、5mg/L、50mg/L、100mg/L、500mg/L、1000mg/L和2000mg/L的7个浓度点组成。配制与Reb-A标准对照品类似的2000mg/L甜菊苷标准原液。稀释至所需浓度。

甜菊糖苷——保留时间标记溶液（M6），含以下甜菊糖苷每一种约100mg/L（用稀释液配制而成）：甜茶苷、杜克苷A、甜菊苷、瑞鲍迪苷C、瑞鲍迪苷F及瑞鲍迪苷A。

配制样品——按第A.3.5.1节和A.3.5.2节所述的步骤配制样品溶液。

A. 3. 6. 1. 4 仪器使用条件见表A.1。

表A.1 仪器使用条件

色谱柱	氨基柱, 250 x 4.6 mm, 5 $\mu$ m
温度	30°C
等度流动相	20%缓冲液、80%乙腈
流速	1.5 mL/min
进样量	12 $\mu$ L
检测波长	UV210 nm (4 nm bw), 参考: 260 nm (100 nm bw)
运行时间	60 min
自动进样器温度	室温

A. 3. 6. 1. 5 分析步骤

A. 3. 6. 1. 5. 1 系统启动/适用性

检测器灵敏度检查: 进样2.5 mg/L甜菊苷标准溶液, 确认甜菊苷峰值与噪音的信噪比 $\geq 3$ ; 如果没有, 则需对仪器进行检查, 确保信噪比达到 $\geq 3$ 后再进行下一步操作。

拖尾因子: 用Reb-A2000mg/L的标品溶液进样, 并利用该峰计算拖尾因子-T。拖尾因子:  $0.8 \leq T \leq 2$ 。

信噪比: 计算甜菊苷标准溶液进样的信噪比。检测限 (LOD) 是5 mg/L的甜菊苷标准溶液: 该标准溶液的信噪比必须为 $\geq 10$ 。检测限 (LOD) 是2.5 mg/L的甜菊苷标准溶液: 信噪比必须为 $\geq 3$ 。

分离甜菊糖苷: 进样M6标准品溶液, 甜菊苷和瑞鲍迪苷C两峰应明显分离。记录每个甜菊糖苷的保留时间 (A.3.8.1) 。

A. 3. 6. 1. 5. 2 分析序列

进行系统适用性检查后, 依据浓度从低到高的原则将所有剩余标准溶液依次进样, 之后是样品进样; 在最多12次样品进样后及在样品分析序列结束后, 分别再进样2000 mg/L的甜菊苷和Reb A标准品溶液进行备份标定。

A. 3. 6. 1. 5. 3 积分参数

使用液相色谱分析仪自带软件工具完成积分。

A. 3. 6. 1. 6 计算

A. 3. 6. 1. 6. 1 峰面积的相对标准偏差

峰面积的相对标准偏差 $r_1$ 按式 (A.6) 计算:

$$r_1 = \frac{S_1}{x} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.6)$$

式中:

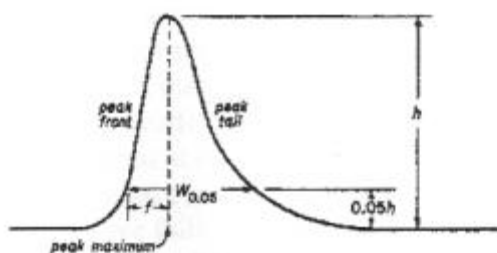
$s_1$ ——标准偏差值=  $(\sum (x-x)^2) / (N-1) )^{1/2}$ ;

$x$ ——平均值=  $(x_1 + x_2 + x_3 + x_n) / N$ ;

$x_n$ ——峰面积;

$N$ ——样品总数量。

A. 3. 6. 1. 6. 2 拖尾因子 (T)



拖尾因子T按式 (A.7) 计算:

$$T = \frac{W_{0.05}}{2f} \quad \dots\dots\dots (A.7)$$

式中：

$W_{0.05}$ ——5%高度时的峰值宽度；

$f$ ——从最大峰值到峰值前沿在x轴上的数值之间的距离，并在峰值基线以上5%处进行测量。

#### A. 3. 6. 1. 6. 3 标准回收率

标准回收率 $p$ 按式 (A.8) 计算：

$$p = \frac{c_1}{c_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.8)$$

式中：

$c_1$ ——曲线中的浓度计算值；

$c_2$ ——理论浓度。

#### A. 3. 6. 1. 6. 4 分析计算

通过M6标准品溶液匹配保留时间确定目标分析物。

测定标准品溶液和样品中目标分析物的峰响应面积。

测定Reb A标准品的系统漂移。测定2000mg/L时Reb A的响应面积，并计算相对标准偏差，相对标准偏差要求： $\leq 2.0\%$ 。

以Reb A或者甜菊苷浓度（单位mg/L）为纵坐标及其对应的响应面积为横坐标绘制充分拟合的线性回归标准曲线。或者，也可使用数据采集软件来绘制校准曲线。

从标准曲线的线性回归方程，计算出被分析物在样品中的浓度（单位mg/L）（Reb A采用Reb A曲线，所有其它分析物采用甜菊苷曲线）。或者使用数据采集软件来计算（使用软件绘制的校准曲线）分析物的浓度。分析物的浓度 $Y$ 按式 (A.9) 计算：

$$Y = AX + B \quad \dots\dots\dots (A.9)$$

式中：

$X$ ——峰响应面积；

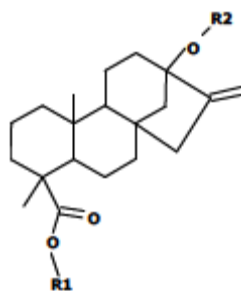
$A$ ——斜率；

$B$ ——y轴截距。

校正样品中各分析物的浓度，如下所示：

将各个糖苷（甜茶苷、杜克苷A、瑞鲍迪苷C、瑞鲍迪苷F）的浓度乘以该糖苷的校正因子，来校正它和甜菊苷之间的分子量上的差异（见表A.2）。

甜菊糖苷的结构式如下：



表A. 2 甜菊糖苷R1和R2基团，分子式与对应分子量

名称	缩写	R1	R2	摩尔重量 (g/mol)	校正因子
杜克苷 A	Dul A	$\beta$ glc-	$\alpha$ rha- $\beta$ glc-	788.88	0.98
瑞鲍迪苷 A	Reb A	$\beta$ glc-	( $\beta$ glc) 2- $\beta$ glc-	967.03	-
瑞鲍迪苷 C	Reb C	$\beta$ glc-	( $\beta$ glc, $\alpha$ rha) - $\beta$ glc-	951.02	1.18
瑞鲍迪苷 F	Reb F	$\beta$ glc-	( $\beta$ glc, $\beta$ xyl) - $\beta$ glc-	936.99	1.16
甜茶苷	Rub	$\beta$ glc- $\beta$ glc-	$\beta$ glc- $\beta$ glc-	642.73	0.80

甜菊苷	Stev	βglc-	βglc-βglc-	804.88	-
-----	------	-------	------------	--------	---

样品中Reb A和其他糖苷的重量百分比 $w$ 按式 (A.10) 计算:

$$w = c_3 / c_4 \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.10)$$

式中:

$c_3$ ——分析物浓度, mg/L;

$c_4$ ——样品浓度, mg/L。

可通过下述因子 ( $F$ ) 乘以  $W$  (重量百分比) 来校正RebA和所有其他糖苷的重量百分比 (扣除水分), 校正因子 $F$ 按式 (A.11) 计算:

$$F = 100 / (100 - M) \quad \dots\dots\dots (A.11)$$

式中:

$M$ ——样品水分, %。

样品中甜菊糖苷 (SG) 重量百分比 $w_{SG}$ 按式 (A.12) 计算:

$$w_{SG} = w_{Rub} + w_{DulA} + w_{RebC} + w_{RebF} + w_{Stev} + w_{RebA} \quad \dots\dots\dots (A.12)$$

式中:

$w_{DulA}$ ——样品中DulA重量百分比, (%) ;

$w_{RebC}$ ——样品中Reb C重量百分比, (%) ;

$w_{RebF}$ ——样品中Reb F重量百分比, (%) ;

$w_{Stev}$ ——样品中Stev重量百分比, (%) ;

$w_{RebA}$ ——样品中Reb A重量百分比, (%) 。

#### A. 3. 6. 1. 7 验收标准

##### A. 3. 6. 1. 7. 1 标准曲线验收标准

RebA的标准曲线——对于所有校准曲线中所用的不同RebA浓度水平, 其标准品回收率必须在 $100 \pm 3$  % , 标准曲线的相关系数可接受标准是 $\geq 0.9900$ 。

甜菊苷标准曲线——对于所有校准曲线中所用的不同甜菊苷浓度水平, 其标准品回收率必须在 $100.0 \pm 10$  % 内, 除了最低浓度水平 (2.5mg/L) 时标准品回收率必须在 $100.0 \pm 20$  % 内。标准曲线的相关系数可接受标准是 $\geq 0.9900$ 。

A. 3. 6. 1. 7. 2 序列标准品 (标准品检查) ——甜菊苷和Reb A的序列标准品回收率 (见A.3.6.1.6.3) 必须在 $100.0 \pm 2$  % 内。

A. 3. 6. 1. 7. 3 样品——平行样品的SG及Reb-A检测结果的%相对标准偏差RSD应不超过2.0 %。其他糖苷的%相对标准偏差, 当含量低于5mg/L时 (在样品中含量对应为0.1%), 应不超过50%; 当含量高于5mg/L的时, 应不超过20%。当样品的%相对标准偏差不属于上述范围时, 重新配制新鲜样品, 直到新样品通过质量控制检查。

#### A. 3. 6. 2 葡萄糖基甜菊糖苷梯度HPLC测定步骤

##### A. 3. 6. 2. 1 流动相 (A-乙腈, B-水)

对乙腈和水进行过滤和脱气。

##### A. 3. 6. 2. 2 稀释液 (100%水)

过滤1000mL水, 并即刻使用。

##### A. 3. 6. 2. 3 标准品配制 (M6)

称取甜茶苷、杜克昔A、甜菊苷、瑞鲍迪昔C、瑞鲍迪昔F和瑞鲍迪昔A标准品中的每一种约100mg/L用稀释液配制成混合标样溶液。

##### A. 3. 6. 2. 4 样品配制

按A.3.5.3中描述的方法配制样品溶液 (约5%) 。

##### A. 3. 6. 2. 5 仪器使用条件见表A.3。

表A. 3仪器使用条件

色谱柱	氨基柱, 250 x 4.6 mm, 5μm
温度	30°C

梯度流动相	A-乙腈, B-水 0 min A: B-80: 20 0~2 min A: B-80: 20 2~70 min A: B-50: 50
流速	1.0 mL/min
进样量	10 $\mu$ L
检测波长	UV210 nm (4 nm bw), 参考: 260 nm (100 nm bw)
运行时间	70 min
自动进样器温度	室温

#### A. 3. 6. 2. 6 分析步骤

甜菊糖苷分离: 进样M6溶液。甜菊苷和瑞鲍迪苷C两峰之间应有明确分离。记录每个甜菊糖苷保留时间 (A.3.8.2)。

#### A. 3. 6. 2. 7 分析序列

先进样样品, 然后在最多进样12个样品后, 及样品序列测试结束后进样标准品用于定量检测。

#### A. 3. 6. 2. 8 积分参数

使用液相色谱分析仪自带软件工具完成积分。示例色谱图附于 (图A.3) 附录部分。

#### A. 3. 6. 2. 9 计算

通过将洗脱图与示例色谱图 (图A.2, 图A.3) 进行比较的方式, 识别每个 $\alpha$ -葡萄糖基甜菊糖苷。

对所有峰进行积分 (未反应糖苷除外)。使用色谱仪自带数据采集软件工具测定 $\alpha$ -葡萄糖基甜菊糖苷的比例 (% 面积)。

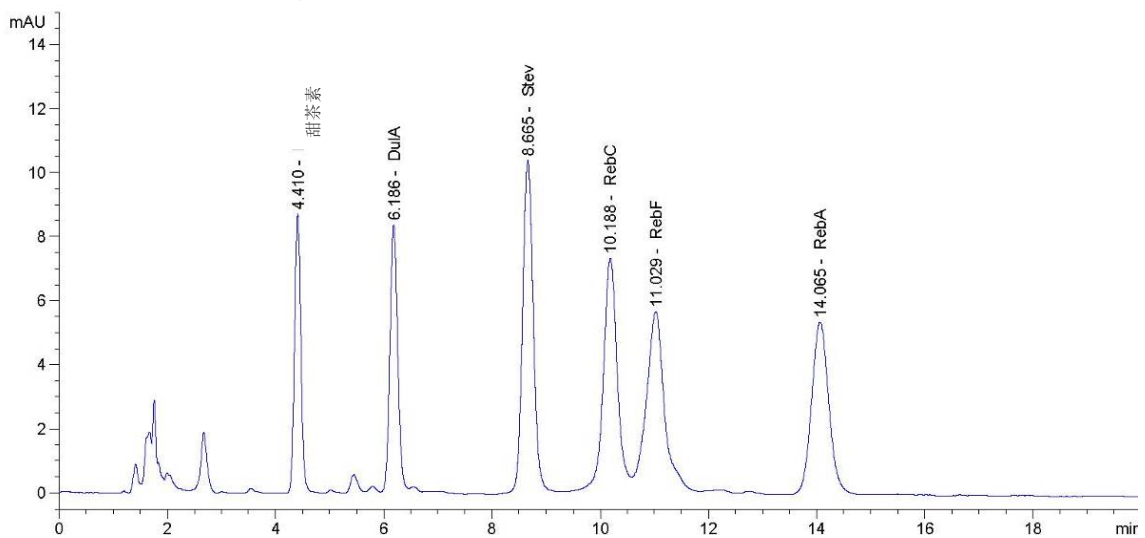
记录下每个 $\alpha$ -葡萄糖基甜菊糖苷的比例。

#### A. 3. 7 结果报告

未反应的甜菊糖苷的浓度和TSG浓度应按照干基重量%进行报告。 $\alpha$ -葡萄糖基甜菊糖苷的比例以面积%为基础进行报告。两个样品重复检测结果的平均值作为报告值。

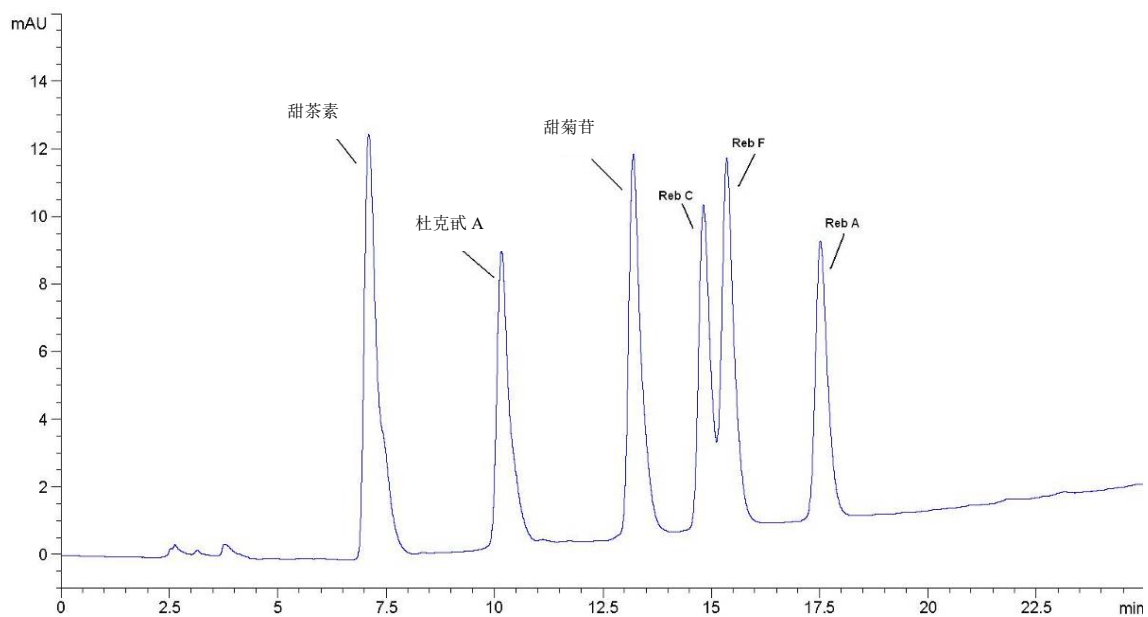
#### A. 3. 8 附件

##### A. 3. 8. 1 M6样品HPLC色谱图



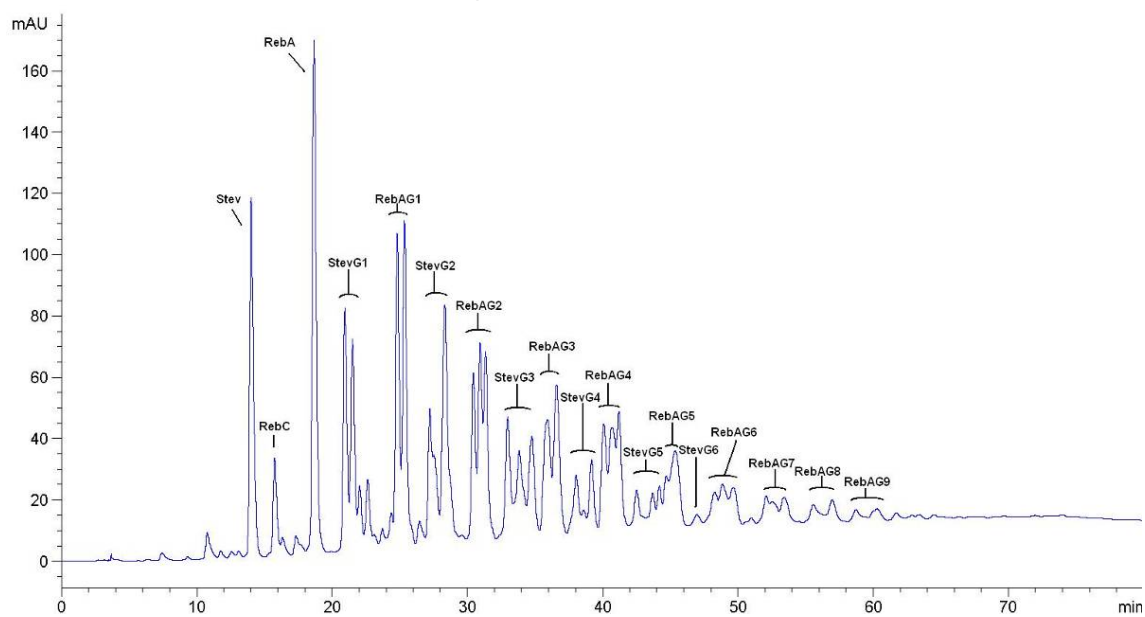
图A. 1 M6样品HPLC色谱图

##### A. 3. 8. 2 M6样品HPLC色谱图 (梯度)



图A. 2 M6样品HPLC色谱图 (梯度)

### A. 3. 8. 3 样品梯度分析的集合示例色谱图



图A. 3 样品梯度分析的集合示例色谱图

## 附件 2

## L(+)-酒石酸等 19 种食品添加剂 扩大使用范围或使用量

序号	名称	功能	食品分类号	食品名称	最大使用量 (g/kg)	备注
1.	L(+)-酒石酸	酸度调节剂	05.02	糖果	30	以酒石酸计
2.	二甲基二碳酸盐(又名维果灵)	防腐剂	14.08	风味饮料	0.25	固体饮料按稀释倍数增加使用量
3.	二氧化钛	着色剂	16.03	胶原蛋白肠衣	按生产需要 适量使用	
4.	红曲红	着色剂	10.03	蛋制品(改变其物理性状)	按生产需要 适量使用	
			10.04	其他蛋制品	按生产需要 适量使用	
5.	焦糖色(普通法)	着色剂	04.04.01.03	豆干再制品	按生产需要 适量使用	
6.	焦亚硫酸钾	抗氧化剂、防腐剂	15.02	配制酒	0.25g/L	最大使用量以二氧化硫残留量计
7.	焦亚硫酸钠	护色剂、抗氧化剂	04.02.02.04	蔬菜罐头	0.05	最大使用量以二氧化硫残留量计
		食品工业用加工助剂(粘度调节剂)	-	大豆蛋白的加工工艺(仅限大豆分离蛋白,大豆浓缩蛋白)	0.03	以二氧化硫残留量计
8.	抗坏血酸棕榈酸酯	抗氧化剂	14.05.01	茶(类)饮料	0.2	固体饮料按稀释倍数增加使用量
9.	可得然胶	稳定和凝固剂、增稠剂	01.02.02	风味发酵乳	按生产需要 适量使用	
			03.01	冰淇淋、雪糕类	按生产需要 适量使用	
			05.02.01	胶基糖果	按生产需要 适量使用	
			12.10.02.01	蛋黄酱、沙拉酱	按生产需要	

序号	名称	功能	食品分类号	食品名称	最大使用量 (g/kg)	备注
					适量使用	
			14.03.02	植物蛋白饮料	按生产需要 适量使用	固体饮料按 稀释倍数增 加使用量
			14.06.04	其他固体饮料	按生产需要 适量使用	
10.	辣椒红	着色剂	04.03.02.03	腌渍的食用菌 和藻类	按生产需要 适量使用	
			04.04.01.03	豆干再制品	按生产需要 适量使用	
11.	辣椒油树脂	增味剂、 着色剂	04.04.01.05	新型豆制品（大 豆蛋白及其膨 化食品、大豆素 肉等）	按生产需要 适量使用	
12.	亮蓝及其铝 色淀	着色剂	07.02.04	糕点上彩装	0.025	以亮蓝计
13.	木松香甘油 酯	乳化剂	05.03	糖果和巧克力 制品包衣	0.32	
14.	山梨酸钾	防腐剂	02.02.02	脂肪含量 80% 以下的乳化制 品	1.0	以山梨酸计
15.	山梨糖醇和 山梨糖醇液	水分保 持剂	09.02.03	冷冻鱼糜制品 （包括鱼丸等）	20	
16.	特丁基对苯 二酚 （TBHQ）	抗氧化 剂	07.02	糕点	0.2	以油脂中的 含量计
17.	植物炭黑	着色剂	16.03	胶原蛋白肠衣	按生产需要 量使用	
18.	不溶性聚乙 烯聚吡咯烷 酮	食品工 业用加 工助剂 （吸附 剂）	-	茶（类）饮料加 加工工艺	按生产需要 适量使用	
19.	硅酸钙	食品工 业用加 工助剂 （助滤 剂）	-	煎炸油加工工 艺	40	



## 附件 3

# L-苏糖酸镁等 3 种食品营养强化剂新品种

## 一、L-苏糖酸镁

英文名称: Magnesium-L-Threonate

功能分类: 食品营养强化剂

### (一) 用量及使用范围

食品分类号	食品类别 (名称)	使用量
01.03.02	调制乳粉 (儿童用乳粉和孕产妇用乳粉除外)	300mg/kg ~ 1100mg/kg (以镁计)
14.0	饮料类 (14.01 及 14.06 涉及品种除外)	30mg/kg ~ 60mg/kg (以镁计)

### (二) 质量规格要求

#### 1 范围

本质量规格要求适用于以维生素 C、碳酸钙、碳酸镁等经过合成反应制成的食品营养强化剂 L-苏糖酸镁。

#### 2 化学名称、分子式、结构式、相对分子质量

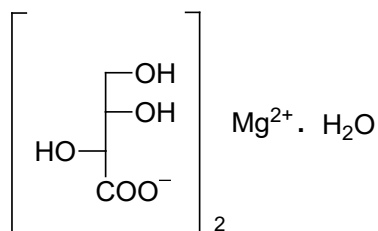
##### 2.1 化学名称

L-苏糖酸镁

##### 2.2 分子式

$Mg(C_4H_7O_5)_2 \cdot H_2O$

##### 2.3 结构式



##### 2.4 相对分子质量

312.51 (按 2007 年国际相对原子质量)

#### 3 技术要求

##### 3.1 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	乳白色	取适量试样置于 50 mL 透明烧杯中, 在自然光下观察其色泽和状态, 嗅其气味。
气味	无臭	
状态	粉末、无结块、无肉眼可见杂质	

##### 3.2 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
L-苏糖酸镁的含量, w/%	98.0~102.0	附录 A 中 A.3
镁 (Mg) / (mg/kg)	7.2~8.3	GB 5413.21
水分, w/%	≤ 1.0	GB 5009.3 直接干燥法
pH (1%溶液)	5.8~7.0	GB/T 9724
砷(As) / (mg/kg)	≤ 0.6	GB 5009.76
铅(Pb) / (mg/kg)	≤ 0.2	GB 5009.12
汞(Hg) / (mg/kg)	≤ 0.25	GB 5009.17

3.3 微生物指标：应符合表 3 的规定

表 3 微生物指标

项目	指标 (若非指定, 均以/25g 表示)	检验方法
菌落总数 / (CFU/g)	≤ 1000	GB 4789.2
大肠菌群 / (MPN/100g)	≤ 40	GB 4789.3-2003
霉菌和酵母 / (CFU/g)	≤ 25	GB 4789.15
致病菌 (沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌和溶血性链球菌)	不得检出	GB 4789.4, GB 4789.5, GB 4789.10, GB 4789.11

附录A  
检验方法

A.1 一般规定

本质量规格要求除另有规定外, 所用试剂的纯度均为分析纯, 所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品, 应按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备, 实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规定。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

A.2.1 试剂和材料

A.2.1.1 氨-氯化铵缓冲液 (pH=10)。

A.2.1.2 铬黑 T 指示剂。

A.2.1.3 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准溶液 (0.05 mol/L)。

A.2.2 鉴别试验

A.2.2.1 方法原理

络合滴定显色反应原理。

A.2.2.2 分析步骤

称 0.2g 试样加 50mL 水加热至澄清, 加 5mL pH=10 的氨水-氯化铵缓冲液, 加铬黑 T 指示剂约 0.1g, 显酒红色, 加入 40mL (0.05 mol/L) EDTA 溶液, 显示纯蓝色。

A.2.2.3 结果判定

呈正反应。即加铬黑 T 指示剂显酒红色, 再加入 EDTA 溶液显示纯蓝色。

A.3 L-苏糖酸镁含量的测定

### A. 3. 1 方法原理

在碱性条件下，以钙为指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定液滴定样品（干品）水溶液，根据乙二胺四乙酸二钠标准滴定液的用量，以  $\text{Mg}(\text{C}_4\text{H}_7\text{O}_5)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  计含量。

### A. 3. 2 试剂和材料

A. 3. 2. 1 氢氧化钠溶液：（10%）。

A. 3. 2. 2 钙指示剂。

A. 3. 2. 3 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定液：（0.05 mol/L）。

### A. 3. 3 分析步骤

称 0.2g 苏糖酸镁加 50mL 水溶解，加入 10mL 氢氧化钠溶液调 pH 为 12，摇匀后加钙指示剂 0.1g，用 EDTA 标准溶液滴定至红色至蓝色。

在测定的同时，按与测定相同的步骤，对不加样品而相同的试剂溶液做空白试验。

### A. 3. 4 结果计算

L-苏糖酸镁的质量分数  $w$  按式（A.1）计算：

$$w = c \times \frac{V}{1000} \times \frac{M}{w_1} \times 100\% \dots\dots\dots \text{(A.1)}$$

式中：

$c$ ——EDTA 滴定液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

$V$ ——用去 EDTA 滴定液的体积，单位为毫升（mL）。

$w_1$ ——样品重量，单位为克（g）；

$M$ ——无水 L-苏糖酸镁的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=294.5$ ）；

1000——换算系数。

---

## 二、低聚半乳糖

英文名称：Galacto-oligosaccharides (GOS)

功能分类：食品营养强化剂

### (一) 用量及使用范围

用量及使用范围符合 GB14880 中低聚半乳糖（乳糖来源）的规定。

### (二) 质量规格要求

#### 1 范围

本质量规格要求适用于以乳糖为原料，经米曲霉(*Aspergillus oryzae*)生产的  $\beta$ -半乳糖苷酶催化水解半乳糖苷键，将乳糖水解成为半乳糖和葡萄糖，同时通过转移半乳糖苷的作用，将水解下来的半乳糖苷转移到乳糖分子，制得食品营养强化剂低聚半乳糖。

#### 2 技术要求

2.1 感官要求：应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项 目	指 标	检验方法
色泽与状态	无色透明至黄色黏稠液体	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘或烧杯中，在自然光线下，观察其色泽和状态，并嗅（品）其味。
气味	无异味	
滋味	味甜	

2.2 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
低聚半乳糖含量（以干基计），w/%	$\geq$ 57	附录 A 中 A.2
乳糖含量（以干基计），w/%	$\leq$ 25	GB/T 22221-2008
葡萄糖含量（以干基计），w/%	$\leq$ 22	GB/T 22221-2008
硫酸灰分，w/%	$\leq$ 0.3	附录 A 中 A.3
pH	2.8~5.5	附录 A 中 A.4
铅（Pb）/（mg/kg）	$\leq$ 0.5	GB 5009.12

2.3 微生物限量：应符合表 3 的规定。

表 3 微生物限量

项 目	指 标（若非指定，均以/25g 表示）	检验方法
菌落总数/（CFU/g）	$\leq$ 3000	GB4789.2
大肠菌群/[MPN/g(mL)]	$\leq$ 3.0	GB4789.3
霉菌/（CFU/g）	$\leq$ 50	GB4789.15
酵母/（CFU/g）	$\leq$ 50	GB4789.15
金黄色葡萄球菌	不得检出	GB4789.10
沙门氏菌	不得检出	GB4789.4

### 附录 A

#### 检验方法

##### A.1 一般规定

本质量规格要求所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验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 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 低聚半乳糖含量的测定

### A. 2. 1 高效离子交换色谱法

#### A. 2. 1. 1 方法提要

用磷酸盐缓冲液提取试样中游离的低聚半乳糖和乳糖，采用半乳糖苷酶将提取液中低聚半乳糖和乳糖酶解，将提取的初始溶液和酶处理过的溶液分别用高效离子色谱仪测定。第一步测定初始溶液中游离的半乳糖和乳糖，第二步测定从低聚半乳糖和乳糖中释放出的半乳糖总量。利用乳糖和半乳糖的含量计算试样中低聚半乳糖的含量。

#### A. 2. 1. 2 试剂和材料

除另有说明外，所有试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

A. 2. 1. 2. 1 磷酸二氢钾。

A. 2. 1. 2. 2 三水磷酸氢二钾。

A. 2. 1. 2. 3 浓盐酸。

A. 2. 1. 2. 4 氢氧化钠。

A. 2. 1. 2. 5 无水醋酸钠。

A. 2. 1. 2. 6 乙腈：色谱级。

A. 2. 1. 2. 7 半乳糖苷酶：活性约50000 U/g，来源于米曲霉。

A. 2. 1. 2. 8 无水半乳糖：纯度 $\geq 99\%$ 。

A. 2. 1. 2. 9 乳糖：纯度 $\geq 99\%$ 。

A. 2. 1. 2. 10 葡萄糖：纯度 $\geq 99\%$ 。

A. 2. 1. 2. 11 磷酸盐缓冲液（0.2 mol/L，pH6.0）：分别称取22.0 g磷酸二氢钾和6.0 g三水磷酸氢二钾，用适量的水溶解，定容至1 L，120℃高压灭菌器中灭菌30 min，备用。

A. 2. 1. 2. 12 氢氧化钠溶液（50%，碳酸钠杂质含量小于1%）：称取100 g氢氧化钠，加100 mL水，搅拌至完全溶解，静置至碳酸钠沉淀，上层液体澄清（约需10天）。不用时密封。

A. 2. 1. 2. 13  $\beta$ -半乳糖苷酶溶液（500 U/mL）：取适量半乳糖苷酶（A. 2. 1. 2. 7）混悬于磷酸盐缓冲液中，制成最终活力单位为500 U/mL的酶溶液，使用前充分振摇，酶溶液制备后8 h内使用。

A. 2. 1. 2. 14 乙腈溶液（20%，体积百分数）：取200 mL乙腈（A. 2. 1. 2. 6）加水稀释定容至1 L。

A. 2. 1. 2. 15 氢氧化钠溶液（125 mmol/L）：取6.95 mL 50%氢氧化钠溶液（A. 2. 1. 2. 12），转移至1 L容量瓶中，去离子水定容至刻度，使用前脱气30 min。

A. 2. 1. 2. 16 乙酸钠-氢氧化钠溶液：称取32.8g无水乙酸钠，用适量的水溶解，再移入氢氧化钠溶液（A. 2. 1. 2. 12）14 mL，用水定容至1 L，0.2  $\mu$ m滤膜过滤，使用前脱气30 min。

A. 2. 1. 2. 17 半乳糖标准储备液：取一定量半乳糖在105℃烘箱中干燥4 h，准确称取0.1g干燥后的半乳糖，精确至 $\pm 0.1$ mg，加水溶解并转移至100 mL容量瓶中，用水稀释定容。

A. 2. 1. 2. 18 乳糖标准储备液：取一定量乳糖在105℃烘箱中干燥4 h。准确称取0.1g干燥后的乳糖，精确至 $\pm 0.1$ mg，加水溶解并转移至100 mL容量瓶中，用水稀释定容。

注：上述烘干后的乳糖乘以0.95即为无水乳糖重量。

A. 2. 1. 2. 19 葡萄糖标准储备液：称取一定量葡萄糖在105℃烘箱中干燥4 h，准确称取0.1g干燥后的葡萄糖，精确至 $\pm 0.1$ mg，加水溶解并转移至100 mL容量瓶中，用水稀释定容。

A. 2. 1. 2. 20 半乳糖、乳糖、葡萄糖混合工作液：分别移取半乳糖、乳糖、葡萄糖的标准储备液各10.0 mL，于100 mL容量瓶中，用水稀释定容。

#### A. 2. 1. 3 仪器和设备

A. 2. 1. 3. 1 高效离子色谱仪：配备脉冲安培检测器。

A. 2. 1. 3. 2 pH计。

- A. 2. 1. 3. 1分析天平：感量为0.1 mg 。
- A. 2. 1. 3. 1水浴振荡器： 40 °C~100 °C。
- A. 2. 1. 3. 1移液器： 100 μL及1000 μL。
- A. 2. 1. 3. 1离心机： 转速≥5000 r/min。
- A. 2. 1. 3. 1超声清洗机。
- A. 2. 1. 3. 1涡旋混合器。
- A. 2. 1. 4 色谱参考条件
- A. 2. 1. 4. 1 色谱柱：PA20阴离子交换色谱柱（150 mm×3 mm，颗粒3.5 μm），保护柱（30 mm×3 mm）或等效色谱柱。
- A. 2. 1. 4. 2 柱温： 30°C；
- A. 2. 1. 4. 3 流动相： 洗脱梯度见表A. 1；
- A. 2. 1. 4. 4 流动相流速： 0.4 mL/min；
- A. 2. 1. 4. 5 进样量： 20 μL；
- A. 2. 1. 4. 6 检测器：脉冲安培检测器，金工作电极，Ag/AgCl 参比电极，检测器时间程序，参见表A. 2。

表A. 1梯度洗脱程序表

时间 (min)	A%氢氧化钠溶液 (125 mmol/L)	B% 乙酸钠+氢氧化钠溶液(400 mmol/L 醋酸钠, 含 250mmol/L 氢氧化钠溶液)	C%水
0	8	0	92
13	8	0	92
15	12	0	88
34	12	0	88
34.1	0	100	0
40	0	100	0
40.1	100	0	0
45	100	0	0
45.10	8	0	92
55	8	0	92

表 A. 2 检测器电位波形程序

时间(s)	电位(V)	积分
0.00	0.1	—
0.20	0.1	开始
0.40	0.1	结束
0.41	-2.0	—
0.42	-2.0	—
0.43	0.6	—
0.44	-0.1	—

#### A. 2. 1. 5分析步骤

##### A. 2. 1. 5. 1标准溶液的制备

分别量取半乳糖、乳糖和葡萄糖混合标准工作液（A. 2. 1. 2. 20）0.5 mL、1.0mL、2.0 mL、5.0mL、10.0mL置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，制成系列混合标准工作溶液，见表A. 3，按照色谱条件A. 2. 1. 4进行测定，以各组分的浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线。

表 A.3 半乳糖、乳糖和葡萄糖标准溶液

半乳糖 (μg/mL)	乳糖 (μg/mL)	葡萄糖 (μg/mL)
0.50	0.475	0.50
1.00	0.95	1.00
2.00	1.90	2.00
5.00	4.95	5.00
10.00	9.50	10.00

A.2.1.5.2 试样液的制备

准确称取0.1 g试样，精确至±0.001 g，用适量的磷酸盐缓冲溶液（A.2.1.2.11）溶解并转移到100 mL容量瓶中定容至刻度，混匀。

A.2.1.5.3 试样液的前处理

A.2.1.5.3.1 酶解试样前处理

吸取制备的试样液10 mL（A.2.1.5.2），移入100 mL容量瓶中，标记为A<sub>1</sub>，吸取1 mL β-半乳糖苷酶溶液（A.2.1.2.13），放入A<sub>1</sub>中，用铝箔纸密闭摇匀；同时做酶试剂空白，吸取制备的10 mL磷酸盐缓冲溶液（A.2.1.2.11），移入100 mL容量瓶中，标记为A<sub>0</sub>，吸取1 mL β-半乳糖苷酶溶液（A.2.1.2.13），放入A<sub>0</sub>中，用铝箔纸密闭摇匀。

将含有活性酶A<sub>1</sub>和A<sub>0</sub>的2个100 mL容量瓶在（60±2）℃水浴中持续温和振摇60 min（从混合物温度达到60℃开始计算加热时间，振摇过程中避免形成水沫或空气泡沫），然后将A<sub>0</sub>、A<sub>1</sub>两个处理溶液，用冰浴冷却至室温，向A<sub>0</sub>、A<sub>1</sub>两个100 mL容量瓶中，各加入20%乙腈溶液（A.2.1.2.14）5 mL，用水定容，混匀。分别取适量上述处理后溶液至离心管中，10000 r/min离心10 min，上层水相用0.2 μm滤膜过滤。

A.2.1.5.3.2 初始试样溶液前处理

吸取制备的试样液10 mL（A.2.1.5.2），移入100 mL容量瓶中，标记为A<sub>2</sub>，加入20%乙腈溶液（A.2.1.2.14）5 mL，用水定容，混匀，取适量上述处理后溶液至离心管中，10000 r/min离心10 min，上层水相用0.2 μm滤膜过滤。

A.2.1.5.4 试样测定

吸取离心后的酶空白、酶解试样和初始试样溶液，分别稀释为D<sub>0</sub>、D<sub>1</sub>和D<sub>2</sub>倍，使半乳糖、乳糖和葡萄糖含量在标准曲线线性范围内，按照色谱条件（A.2.1.4）进样测定样液中的半乳糖、乳糖和葡萄糖含量，根据标准品的保留时间进行试样中各组分定性，色谱图参见附录B；根据标准工作曲线计算试样中的半乳糖、乳糖和葡萄糖含量。

A.2.1.6 结果计算

按照下列公式计算 β-半乳糖苷酶试剂空白 A<sub>0</sub>，酶解生成的葡萄糖的含量，样品酶解液 A<sub>1</sub> 中总半乳糖和葡萄糖的含量，初始试样溶液 A<sub>2</sub> 中游离的半乳糖、乳糖和葡萄糖的含量，最终计算出低聚半乳糖的含量。

A.2.1.6.1 样液A<sub>2</sub>中游离半乳糖、乳糖和葡萄糖的计算

试样A<sub>2</sub>中游离半乳糖、乳糖和葡萄糖含量的质量分数w<sub>1</sub>、w<sub>2</sub>和w<sub>3</sub>，按式（A.1）（A.2）（A.3）计算：

$$w_1 = \frac{C_1 \times V_1 \times V_2 \times D_2 \times 10^{-6}}{m \times V_3} \times 100 \dots\dots\dots (A.1)$$

$$w_2 = \frac{C_2 \times V_1 \times V_2 \times D_2 \times 10^{-6}}{m \times V_3} \times 100 \dots\dots\dots (A.2)$$

$$w_3 = \frac{C_3 \times V_1 \times V_2 \times D_2 \times 10^{-6}}{m \times V_3} \times 100 \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

- $C_1$  —— 标准曲线上查得的半乳糖的含量, 单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g/mL}$ );
- $C_2$  —— 标准曲线上查得的乳糖的浓度, 单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g/mL}$ );
- $C_3$  —— 标准曲线上查得的葡萄糖的含量, 单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g/mL}$ );
- $V_1$  —— 试样制备定容体积 (mL);
- $V_2$  —— 试样前处理后定容体积 (mL);
- $V_3$  —— 试样前处理时取试样的体积 (mL)。
- $D_2$  —— 样液  $A_2$  的稀释倍数;
- $m$  —— 试样质量, 单位为克 (g)。

A. 2. 1. 6. 2 游离的乳糖酶解释放的半乳糖和葡萄糖含量

试样 $A_2$ 中游离的乳糖酶解释放的半乳糖和葡萄糖含量的质量分数 $w_4$ 和 $w_5$ 按式 (A. 4)、(A. 5) 计算:

$$w_4 = w_2 / 1.9 \dots\dots\dots (A.4)$$

$$w_5 = w_2 / 1.9 \dots\dots\dots (A.5)$$

式中:

- $w_2$  —— 试样中游离乳糖的含量, 单位为 (g/100g);
- 1.9 —— 乳糖折算成半乳糖的折算系数。

A. 2. 1. 6. 3 酶解试样释放的半乳糖和葡萄糖的计算

酶解试样释放的半乳糖和葡萄糖含量的质量分数 $w_6$ 和 $w_7$ 按式 (A. 6)、(A. 7) 计算:

$$w_6 = \frac{C_4 \times V_1 \times V_2 \times D_1 \times 10^{-6}}{m \times V_3} \times 100 \dots\dots\dots (A.6)$$

$$w_7 = \frac{(C_5 \times D_1 - C_6 \times D_0) \times V_2 \times V_1 \times 10^{-6}}{m \times V_3} \times 100 \dots\dots\dots (A.7)$$

式中:

- $C_4$  —— 标准曲线上查的  $A_1$  溶液中半乳糖的浓度, 单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g/mL}$ );
- $C_5$  —— 标准曲线上查  $A_1$  溶液中葡萄糖的浓度, 单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g/mL}$ );
- $C_6$  —— 标准曲线上查  $A_0$  溶液中的葡萄糖的浓度, 单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g/mL}$ );
- $V_1$  —— 试样制备定容体积 (mL);
- $V_2$  —— 试样酶解处理后定容体积 (mL);
- $V_3$  —— 试样酶解时取试样体积 (mL)。
- $D_1$  —— 酶解液稀释倍数;
- $D_0$  —— 酶试剂空白稀释倍数;
- $m$  —— 试样质量, 单位为克 (g)。

A. 2. 1. 6. 4 低聚半乳糖酶解释放半乳糖和葡萄糖的计算



低聚半乳糖酶解释放半乳糖和葡萄糖的含量的质量分数 $w_8$ 和 $w_9$ 按式(A.8)、(A.9)计算:

$$w_8 = w_6 - w_1 - w_4 \dots\dots\dots (A.8)$$

$$w_9 = w_7 - w_5 - w_3 \dots\dots\dots (A.9)$$

式中:

- $w_6$  —— 酶解试样中总半乳糖含量, 单位为 (g/100g);
- $w_7$  —— 酶解试样中总葡萄糖含量, 单位为 (g/100g);
- $w_4$  —— 游离的乳糖酶解释放的半乳糖含量, 单位为 (g/100g);
- $w_5$  —— 游离的乳糖酶解释放的葡萄糖含量, 单位为 (g/100g);
- $w_1$  —— 试样中游离半乳糖的含量, 单位为 (g/100g)
- $w_2$  —— 试样中游离乳糖的含量, 单位为 (g/100g);
- $w_3$  —— 试样中游离葡萄糖的含量, 单位为 (g/100g)。

#### A. 2. 1. 6. 5 试样中低聚半乳糖含量的计算

试样中低聚半乳糖的质量分数 $w_{10}$ , 按式(A.10)、(A.11)计算 $k$ 值, (A.12)计算低聚半乳糖的质量分数 $w_{10}$ 。

$$q = \frac{w_8}{w_9} \dots\dots\dots (A.10)$$

$$k = \frac{0.9 \times q + 1}{q} \dots\dots\dots (A.11)$$

$$w_{10} = w_8 \times k \dots\dots\dots (A.12)$$

式中:

- $w_8$  —— 低聚半乳糖酶解释放半乳糖的含量 (g/100g);
- $w_9$  —— 低聚半乳糖酶解释放葡萄糖的含量 (g/100g);
- $q$  —— 试样中低聚半乳糖酶解释放半乳糖和葡萄糖含量的比值;
- $k$  —— 低聚半乳糖酶解释放的半乳糖换算系数。

#### A. 2. 1. 7 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过其算术平均值的 5%。

### A. 3 硫酸灰分的测定

#### A. 3. 1 仪器和设备

高温炉。

#### A. 3. 2 试剂和材料

硫酸。

#### A. 3. 3 分析步骤

称取试样 1 g (精确至 0.0001 g), 放入已灼烧至恒重的瓷坩埚中, 在电炉上缓缓灼烧至完全炭化, 冷却至室温。加入 0.5 mL 硫酸使湿润, 低温加热至硫酸蒸汽出尽。然后移入高温炉中 800 °C ± 25 °C 灼烧至恒重。

### A. 3. 4 结果计算

硫酸灰分的质量分数  $w_8$  按公式 (A.13) 计算:

$$w_8 = \frac{m_5 - m_6}{m_4 - m_6} \times 100\% \dots\dots\dots (A. 13)$$

式中:

$m_5$ —— 灼烧后瓷坩埚与残渣质量, 单位为克 (g);

$m_6$ —— 空坩埚质量, 单位为克 (g);

$m_4$ —— 试样与空坩埚质量, 单位为克 (g)。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准。

### A. 3. 5 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过其算术平均值的 1.0%。

## A. 4 pH的测定

### A. 4. 1 仪器和设备

酸度计: 精度0.01pH, 备有玻璃电极和甘汞电极 (或复合电极)。

### A. 4. 2 分析步骤

按仪器使用说明书调试和校正酸度计。

用新煮沸冷却的中性蒸馏水配制30%的低聚半乳糖液待测液。然后, 用水冲洗电极探头, 用滤纸轻轻吸干, 将电极插入待测样液中, 调节温度调节器, 使仪器指示温度与溶液温度相同, 稳定后读数。

所得结果表示至一位小数。

---

### 三、 维生素 K<sub>2</sub>（发酵法）

英文名称：Vitamin K<sub>2</sub>（Fermentation）

功能分类：食品营养强化剂

#### （一） 用量及使用范围

食品分类号	食品类别（名称）	使用量
01.03.02	调制乳粉（仅限儿童用乳粉）	420μg/kg~750μg/kg
	调制乳粉（仅限孕产妇用乳粉）	340μg/kg~680μg/kg

#### （二） 质量规格要求

##### 1 范围

本质量规格要求适用于以大豆粉、白砂糖、葡萄糖经纳豆枯草芽孢杆菌发酵的发酵物，经提取精制而成的食品营养强化剂维生素K<sub>2</sub>（发酵法）。商品化的维生素K<sub>2</sub>（发酵法）包括：以食用油为辅料的维生素K<sub>2</sub>（发酵法）油剂和以变性淀粉或糊精、乳化剂、抗氧化剂等为辅料的维生素K<sub>2</sub>（发酵法）粉剂。

##### 2 分类

###### 2.1 维生素K<sub>2</sub>（发酵法）油剂

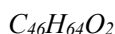
维生素K<sub>2</sub>（发酵法）油剂产品其主要成分为维生素K<sub>2</sub>族的七烯甲萘醌，辅料包括大豆油。

###### 2.2 维生素K<sub>2</sub>（发酵法）粉剂

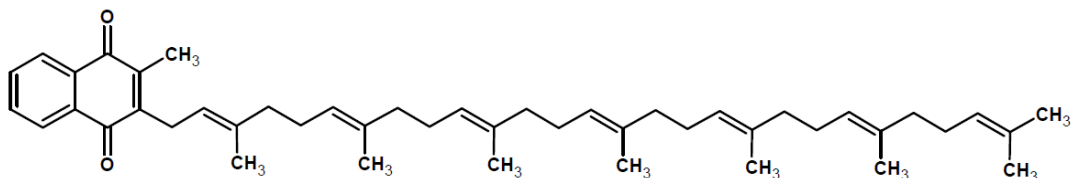
维生素K<sub>2</sub>（发酵法）粉剂产品其主要成分为维生素K<sub>2</sub>族的七烯甲萘醌，辅料含变性淀粉、淀粉、糊精、微晶纤维素、乳化剂、抗氧化剂等。

##### 3 分子式、结构式和相对分子质量

###### 3.1 分子式



###### 3.2 结构式



###### 3.3 相对分子质量

649.00（按2007年国际相对原子质量）

##### 4 技术要求

4.1 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
	维生素K <sub>2</sub> （发酵法）油剂	维生素K <sub>2</sub> （发酵法）粉剂	
色泽	浅黄色	白色至浅黄色	取样品适量置于50mL烧杯中，于自然光下，用肉眼观察其色泽、形态、组织、杂质，嗅其气味。
滋味、气味	本品特有的气味、滋味，无异味		
性状	澄清或微混浊油状	粉末状	
杂质	无正常视力可见的杂质		

4.2 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
		维生素K <sub>2</sub> （发酵法）油剂	维生素K <sub>2</sub> （发酵法）粉剂	
维生素 K <sub>2</sub> 的含量 <sup>a/</sup> （μg/g）	≥	1500	1000	附录 A 中 A.4
酸价/（mg KOH/g）	≤	1.0	-	GB/T 5009.37
过氧化值/（meq/kg）	≤	5.0	-	GB/T 5009.37
水分，w/%	≤	-	5.0	GB 5009.3
灰分，w/%	≤	-	3.0	GB 5009.4
总砷（以 As 计）/(mg/kg)	≤	0.1		GB 5009.11
铅（Pb）/(mg/kg)	≤	0.1		GB 5009.12
汞（Hg）/(mg/kg)	≤	0.05		GB 5009.17
镉（Cd）/(mg/kg)	≤	0.1		GB 5009.15
六六六/(mg/kg)	≤	0.05		GB/T 5009.19
滴滴涕/(mg/kg)	≤	0.05		
黄曲霉毒素（B1+B2+G1+G2）/（μg/kg）	≤	5.0		GB/T 5009.23

<sup>a</sup> 维生素 K<sub>2</sub> 的含量以七烯甲萘醌含量标示，七烯甲萘醌实际含量为标示量的 95%~110%。

4.3 微生物指标：应符合表3的规定。

表3 微生物指标

项目		指标（若非指定，均以/25g表示）		检验方法
		维生素K <sub>2</sub> （发酵法）油剂	维生素K <sub>2</sub> （发酵法）粉剂	
菌落总数/(CFU/g)	≤	300	1000	GB 4789.2
霉菌和酵母/(CFU/g)	≤	25	100	GB 4789.15
大肠菌群/(MPN/g)	<	3.0		GB 4789.3
大肠埃希氏菌/(MPN/g)	<	3.0		GB 4789.38
致病菌（沙门氏菌、金黄色葡萄球菌）		不得检出		GB 4789.4、GB 4789.10

## 5 其他要求

产品应装于适宜的避光容器中充氮或真空保存，产品的最佳保存温度为 20℃ 以下。

### 附录A

## 检验方法

### A.1 安全提示

本质量规格要求试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，按相关规定操作，操作时需小心谨慎。若溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。在使用易燃品时，严禁使用明火加热。

### A.2 一般规定

本质量规格要求所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T6682中规定的一级水。试验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.3 鉴别试验

#### A.3.1 方法提要

试样用正己烷提取，按含量测定项下色谱条件进行高效液相色谱分析，与七烯甲萘醌标准品保留时间进行对照。试样色谱图的主峰应与标准品主峰保留时间一致。

#### A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 维生素 K<sub>2</sub> 标准品（七烯甲萘醌，MK-7）。

A.3.2.2 正己烷：分析纯。

#### A.3.3 分析步骤

##### A.3.3.1 试样溶液处理

精密称取试样适量（精确至 0.001 g）于 10 mL 容量瓶中，加入正己烷超声提取 30 min，定容至刻度，摇匀，过 0.45 μm 滤膜，得上样试样。

##### A.3.3.2 试样检测

按照含量测定项下方法，配制标准溶液。按照含量测定色谱条件将标准溶液和样品溶液 10 μL 注入高效液相色谱仪中测定，以保留时间定性鉴别。

### A.4 维生素 K<sub>2</sub> 含量的测定

#### A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 维生素 K<sub>2</sub> 标准品（七烯甲萘醌，MK-7）。

A.4.1.2 异丙醇：分析纯。

A.4.1.3 甲醇：色谱纯。

#### A.4.2 仪器和设备

A.4.2.1 高效液相色谱仪。

A.4.2.2 紫外光检测器：可变波长。

A.4.2.3 数据处理系统：色谱工作站或数据处理机。

#### A.4.3 参考色谱条件

推荐的色谱柱及典型操作条件如下表 A.1，其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件均可使用。

A.1 色谱柱和色谱操作条件

色谱柱	C <sub>18</sub> ODS 柱，柱长 150 mm，内径 4.6mm，内装 C <sub>18</sub> 填充物，粒径 5μm 或是相当者
柱温/℃	50
流动相	甲醇
流速/ mL/min	1.0

检测波长/nm	254
进样量/ $\mu\text{L}$	10

#### A. 4. 4 分析步骤

##### A. 4. 4. 1 试样溶液处理

精密称取试样适量（精确至 0.001 g）于 10 mL 容量瓶中，加入异丙醇超声 30 min，用异丙醇定容至刻度，摇匀，过 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜，得上样试样。

##### A. 4. 4. 2 标准品溶液配制

精密称取七烯甲萘醌标准品适量，用异丙醇溶解并定容，配制成浓度为 20  $\mu\text{g/mL}$  的标准品溶液。

##### A. 4. 4. 3 试样测定

用标准品和试样溶液 10  $\mu\text{L}$  注入高效液相色谱仪中测定，以保留时间定性，峰面积外标法定量。

#### A. 4. 5 结果计算

维生素  $\text{K}_2$  的含量  $w$ ，单位为微克每克 ( $\mu\text{g/g}$ )，按式 (A.1) 计算：

$$w = \frac{A_1 \times c_1 \times V_1}{A_2 \times m_1} \dots\dots\dots \text{(A.1)}$$

式中：

$A_1$ ——试样中维生素  $\text{K}_2$ （七烯甲萘醌）对应峰面积；

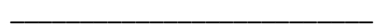
$A_2$ ——标准品中维生素  $\text{K}_2$ （七烯甲萘醌）对应峰面积；

$c_1$ ——进样标准品中维生素  $\text{K}_2$ （七烯甲萘醌）的浓度，单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g/mL}$ )；

$V_1$ ——供试试样定容体积，单位为毫升 (mL)；

$m_1$ ——试样的质量，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算术平均值的 10 %。



## 附件 4

# 左旋肉碱食品营养强化剂扩大使用量

序号	名称	功能	食品分类号	食品名称	最大使用量 (g/kg)	备注
1.	左旋肉碱	食品营养强化剂	14.02.03	果蔬汁(肉)饮料(包括发酵型产品等)	100 mg/kg~ 3000 mg/kg	
			14.03.01	含乳饮料	100 mg/kg~ 3000 mg/kg	
			14.04.02.02	风味饮料(包括果味、乳味、茶味、咖啡味及其他味饮料等)	100 mg/kg~ 3000 mg/kg	



# 食品安全标准与监测评估司

主站首页 | 首页 | 最新信息 | 政策文件 | 工作动态 | 关于我们 | 图片集锦 | 专题专栏

通知公告

您现在所在位置： 首页 > 最新信息 > 风险评估 > 通知公告

## 关于抗坏血酸棕榈酸酯（酶法）等食品添加剂新品种的公告

发布时间：2016-08-08 来源：



2016年 第9号

根据《食品安全法》规定，审评机构组织专家对抗坏血酸棕榈酸酯（酶法）等3种食品添加剂新品种、辣椒油树脂等8种食品添加剂扩大使用范围、富硒酵母食品营养强化剂扩大使用范围的安全性评估材料审查并通过。

特此公告。

- 附件：1. 抗坏血酸棕榈酸酯（酶法）等3种食品添加剂新品种  
2. 辣椒油树脂等8种食品添加剂扩大使用范围  
3. 富硒酵母食品营养强化剂扩大使用范围

国家卫生计生委  
2016年7月22日

附件1

### 抗坏血酸棕榈酸酯（酶法）等3种 食品添加剂新品种

#### 一、抗坏血酸棕榈酸酯（酶法）

英文名称：ascorbyl palmitate (enzymatic)

功能分类：抗氧化剂

（一）用量及使用范围

食品分类号	食品名称	最大使用量/(g/kg)	备注
02.0	脂肪，油和乳化脂肪制品	0.2	
02.01	基本不含水的脂肪和油		

（二）质量规格要求

1 范围

本质量规格要求适用于以棕榈酸（或棕榈酸乙酯）和抗坏血酸为原料，经脂肪酶催化反应制得的食物添加剂抗坏血酸棕榈酸酯。

其他技术要求执行《食品添加剂L-抗坏血酸棕榈酸酯》（GB 16314-1996）。

#### 二、3-[1-[(3,5-二甲基-1,2-噁唑-4-基)甲基]-1H-吡唑-4-基]-1-(3-羟基苄基)咪唑啉-2,4-二酮

英文名称：3-[1-[(3,5-dimethyl-1,2-oxazol-4-yl)methyl]-1H-pyrazol-4-yl]-1-(3-hydroxybenzyl)imidazolidine-2,4-dione

功能分类：食品用香料

（一）用量及使用范围

配制成食品用香精用于各类食品（GB2760-2014表B.1食品类别除外），用量为按生产需要适量使用。

（二）质量规格要求

1 范围

本质量规格要求适用于以N,N-二甲基甲酰胺、乙基吡唑-4-羧酸乙酯、叔丁基二甲基氯硅烷、N,N-二异丙基乙胺、三乙酰氧基硼氢化钠和四氢咪喃为原料，经化学反应制得的食物添加剂3-[1-[(3,5-二甲基-1,2-噁唑-4-基)甲基]-1H-吡唑-4-基]-1-(3-羟基苄基)咪唑啉-2,4-二酮。

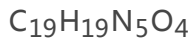
2 化学名称、分子式、结构式、分子量

2.1 化学名称

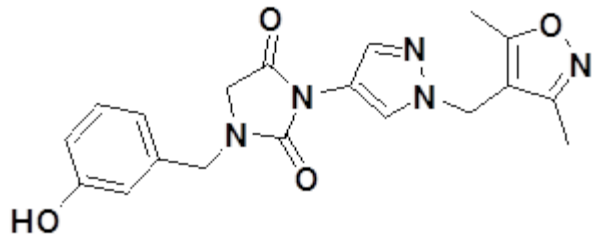


3-[1-[(3,5-二甲基-1,2-噁唑-4-基)甲基]-1H-吡唑-4-基]-1-(3-羟基苄基)咪唑啉-2,4-二酮

2.2分子式



2.3结构式



2.4相对分子质量

354.42 (按2007年国际相对原子质量)

3 技术要求

3.1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	将试样置于一洁净白纸上,用目测法观察
状态	粉末	
香气	温和香气	GB/T 14454.2

3.2 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
含量, w /%	≥ 99.0	附录A
熔点/°C	145~150	GB/T 14457.3

附 录 A

食品添加剂3-[1-[(3,5-二甲基-1,2-噁唑-4-基)甲基]-1H-吡唑-4-基]-1-(3-羟基苄基)咪唑啉-2,4-二酮的测定

A.1 仪器和设备

A.1.1 色谱仪:按GB/T 27579—2011中第5章的规定。

A.1.2 柱:反相液相色谱柱。

A.1.3 检测器:二极管阵列检测器。

A.2 测定方法

内标法:按GB/T 27579—2011中第9章测定含量。

A.3 重复性及结果表示

按照GB/T 27579—2011中第9.2条规定进行。

3-[1-[(3,5-二甲基-1,2-噁唑-4-基)甲基]-1H-吡唑-4-基]-1-(3-羟基苄基)咪唑啉-2,4-二酮的高效液相色谱图参见附录B。

附 录 B

食品添加剂3-[1-[(3,5-二甲基-1,2-噁唑-4-基)甲基]-1H-吡唑-4-基]-1-(3-羟基苄基)咪唑啉-2,4-二酮的高效液相色谱图(内标法)

B.1 食品添加剂3-[1-[(3,5-二甲基-1,2-噁唑-4-基)甲基]-1H-吡唑-4-基]-1-(3-羟基苄基)咪唑啉-2,4-二酮的高效液相色谱图

食品添加剂3-[1-[(3,5-二甲基-1,2-噁唑-4-基)甲基]-1H-吡唑-4-基]-1-(3-羟基苄基)咪唑啉-2,4-二酮的高效液相色谱图见图B.1。

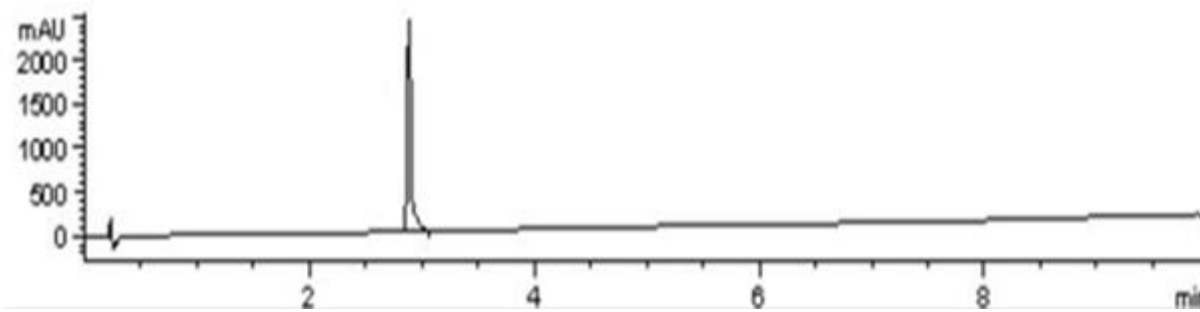


图 B.1 食品添加剂3-[1-[(3,5-二甲基-1,2-噁唑-4-基)甲基]-1H-吡唑-4-基]-1-(3-羟基苄基)咪唑啉-2,4-二酮的高效液相色谱图

B.2 操作条件

B.2.1 柱:反相液相色谱柱(Φ4.6 mm×150 mm,粒径4 μm)。

B.2.2 流动相A:0.1%甲酸水溶液。

B.2.3 流动相B:0.1%甲酸乙腈溶液。

B.2.4 流速:1 mL/min。

B.2.5 检测波长:230 nm。

B.2.6 进样量:1 μL。

B.2.7 柱温:25°C。

B.2.8 梯度洗脱条件:见表 B.1。

表 B.1 梯度洗脱条件

时间 (min)	流动相A (%)	流动相B (%)

0	95	5
20	5	95
25	5	95
27	95	5
30	95	5

### 三、4-氨基-5-[3-(异丙基氨基)-2,2-二甲基-3-氧代丙氧基]-2-甲基喹啉-3-羧酸硫酸盐

英文名称:

4-amino-5-(3-(isopropylamino)-2,2-dimethyl-3-oxopropoxy)-2-methylquinoline-3-carboxylic acid sulfate

功能分类: 食品用香料

(一) 用量及使用范围

配制成食品用香精用于各类食品(GB2760-2014表B.1食品类别除外), 用量为按生产需要适量使用。

(二) 质量规格要求

1 范围

本质量规格要求适用于以异丙胺、异丙基氯化镁、甲基羟基三甲基乙酸盐和乙酰乙酸乙酯为原料, 经化学反应制得食品添加剂4-氨基-5-[3-(异丙基氨基)-2,2-二甲基-3-氧代丙氧基]-2-甲基喹啉-3-羧酸硫酸盐。

化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

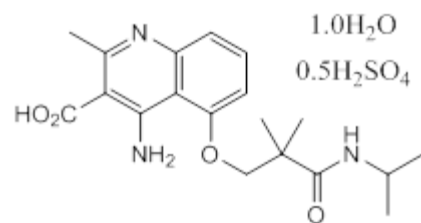
2.1 化学名称

4-氨基-5-[3-(异丙基氨基)-2,2-二甲基-3-氧代丙氧基]-2-甲基喹啉-3-羧酸硫酸盐

2.2 分子式

$C_{19}H_{28}N_3O_7S_{0.5}$

2.3 结构式



2.4 相对分子质量

426.47 (按2007年国际相对原子质量)

技术要求

3.1 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	白色至浅黄色	将试样置于一洁净白纸上, 用目测法观察
状态	粉末	
香气	温和香气	GB/T 14454.2

3.2 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
含量, w/%	≥ 98.0	附录A

#### 附 录 A

#### 食品添加剂 4-氨基-5-[3-(异丙基氨基)-2,2-二甲基-3-氧代丙氧基]-2-甲基喹啉-3-羧酸硫酸盐的测定

A.1 仪器和设备

A.1.1 色谱仪: 按GB/T 27579—2011中第5章的规定。

A.1.2 柱: 反相液相色谱柱。

A.1.3 检测器: 二极管阵列检测器。

A.2 测定方法

内标法: 按GB/T 27579—2011中第9章测定含量。

A.3 重复性及结果表示

按照GB/T 27579—2011中第9.2条规定进行。

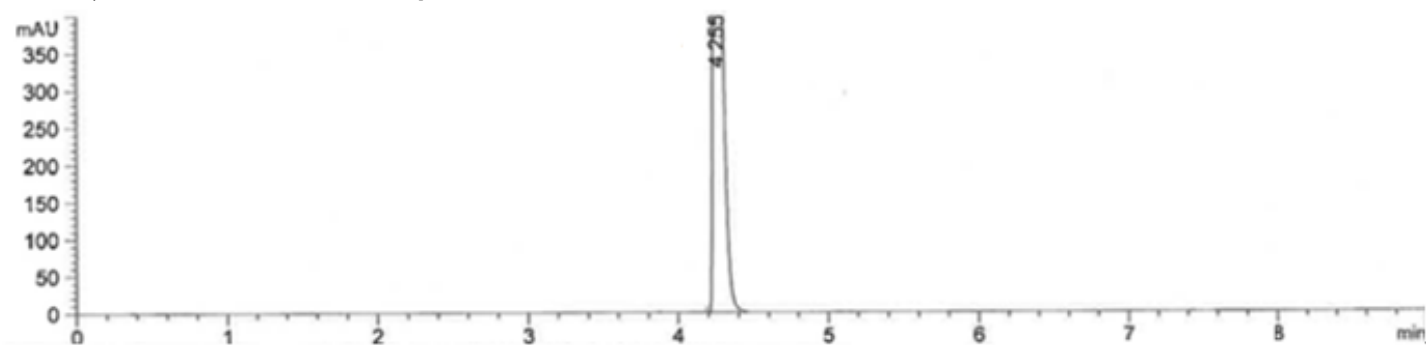
4-氨基-5-[3-(异丙基氨基)-2,2-二甲基-3-氧代丙氧基]-2-甲基喹啉-3-羧酸硫酸盐的高效液相色谱图参见附录B。

#### 附 录 B

#### 食品添加剂 4-氨基-5-[3-(异丙基氨基)-2,2-二甲基-3-氧代丙氧基]-2-甲基喹啉-3-羧酸硫酸盐的高效液相色谱图(内标法)

B.1 食品添加剂4-氨基-5-[3-(异丙基氨基)-2,2-二甲基-3-氧代丙氧基]-2-甲基喹啉-3-羧酸硫酸盐的高效液相色谱图

4-氨基-5-[3-(异丙基氨基)-2,2-二甲基-3-氧代丙氧基]-2-甲基喹啉-3-羧酸硫酸盐的高效液相色谱图见图B.1。



图B.1 食品添加剂 4-氨基-5-[3-(异丙基氨基)-2,2-二甲基-3-氧代丙氧基]-2-甲基喹啉-3-羧酸硫酸盐的高效液相色谱图

B.2 操作条件

B.2.1 柱: 反相液相色谱柱(Φ4.6 mm × 150 mm, 粒径4 μm)。

B.2.2 流动相A: 0.1%甲酸水溶液。

B.2.3 流动相B: 0.1%甲酸乙腈溶液。

- B.2.4 流速：1 mL/min。
- B.2.5 检测波长：230 nm。
- B.2.6 进样量：1 μL。
- B.2.7 柱温：25°C。
- B.2.8 梯度洗脱条件：见表 B.1。

表 B.1 梯度洗脱条件

时间 (min)	流动相A (%)	流动相B (%)
0	95	5
20	5	95
25	5	95
27	95	5
30	95	5

附件2

## 辣椒油树脂等8种食品添加剂扩大使用范围

序号	名称	功能	食品分类号	食品名称	最大使用量 (g/kg)	备注
1.	辣椒油树脂	增味剂、着色剂	04.04.01.02	豆干类	按生产需要适量使用	-
			09.04.02	经烹调或油炸的水产品		
2.	辣椒红	着色剂	04.04.01.02	豆干类	按生产需要适量使用	-
			09.04.02	经烹调或油炸的水产品		
3.	异麦芽酮糖	甜味剂	05.01.02	巧克力与巧克力制品，除05.01.01以外的可可制品	按生产需要适量使用	-
			05.01.03	代可可脂巧克力及使用可可脂代用品的巧克力类似产品		
			05.03	糖果和巧克力制品包衣		
			06.10	粮食制品馅料		
4.	山梨酸钾	防腐剂	09.03.02	腌制水产品(仅限即食海蜇)	1.0	以山梨酸计
			09.01	鲜水产（仅限于海水虾蟹类及其制品）	0.1	最大使用量以二氧化硫残留量计
5.	焦亚硫酸钠	防腐剂、抗氧化剂	09.02	冷冻水产品及其制品（仅限于海水虾蟹类及其制品）		
6.	紫胶(又名虫胶)	着色剂	16.03	胶原蛋白肠衣	按生产需要适量使用	-
7.	聚二甲基硅氧烷及其乳液	食品工业用加工助剂（消泡剂）	-	薯类加工工艺	按生产需要适量使用	-
8.	辛，癸酸甘油酯	食品工业用加工助剂（防黏剂）	-	巧克力和巧克力制品加工工艺	0.08	-

附件3

## 富硒酵母食品营养强化剂扩大使用范围

序号	名称	功能	食品分类号	食品名称	使用量	备注
1.	富硒酵母	食品营养强化剂	01.03.02	调制乳粉（儿童用乳粉除外）	140μg/kg ~ 280μg/kg	以硒计
				调制乳粉（仅限儿童用乳粉）	60μg/kg ~ 130μg/kg	
			06.02	大米及其制品	140μg/kg ~ 280μg/kg	
			06.03	小麦粉及其制品	140μg/kg ~ 280μg/kg	
			06.04	杂粮粉及其制品	140μg/kg ~ 280μg/kg	
			07.01	面包	140μg/kg ~ 280μg/kg	
07.03	饼干	30μg/kg ~ 110μg/kg				

分享到 

委机关

地方部门

直属和联系单位



联系方式 | 网站地图

地址：北京市西城区西直门外南路1号 邮编：100044 电话：010-68792114

中华人民共和国国家卫生健康委员会 版权所有，不得非法镜像。 ICP备案编号：京ICP备11020874

技术支持：国家卫生健康委员会统计信息中心





# 食品安全标准与监测评估司

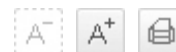
主站首页 | 首页 | 最新信息 | 政策文件 | 工作动态 | 关于我们 | 图片集锦 | 专题专栏

通知公告

您现在所在位置: 首页 > 最新信息 > 风险评估 > 通知公告

## 关于爱德万甜等6种食品添加剂新品种、食品添加剂环己基氨基磺酸钠(又名甜蜜素)等6种食品添加剂扩大用量和使用范围的公告

发布时间: 2017-10-30 来源:



2017年 第8号

根据《食品安全法》规定, 审评机构组织专家对爱德万甜等6种食品添加剂新品种、环己基氨基磺酸钠(又名甜蜜素)等6种食品添加剂扩大用量和使用范围的安全性评估材料审查并通过。特此公告。

- 附件: 1. 食品添加剂新品种爱德万甜 (N-{N-[3-(3-羟基-4-甲氧基苯基)丙基]-L-α-天冬氨酰}-L-苯丙氨酸-1-甲酯)
2. 2-丙酰吡咯等2种食品用香料新品种
3. 食品工业用酶制剂新品种 β-葡聚糖酶
4. (6S)-5-甲基四氢叶酸, 氨基葡萄糖盐等2种食品营养强化剂新品种
5. 环己基氨基磺酸钠(又名甜蜜素)等6种扩大用量和使用范围的食品添加剂

国家卫生计生委  
2017年10月20日

下载链接: 爱德万甜等6种食品添加剂新品种、食品添加剂环己基氨基磺酸钠(又名甜蜜素)等6种食品添加剂扩大用量和使用范围\_公告附件1-5.pdf

分享到

委机关 | 地方部门 | 直属和联系单位



联系方式 | 网站地图  
地址: 北京市西城区西直门外南路1号 邮编: 100044 电话: 010-68792114  
中华人民共和国国家卫生健康委员会 版权所有, 不得非法镜像. ICP备案编号: 京ICP备11020874  
技术支持: 国家卫生健康委员会统计信息中心



## 附件 1

# 食品添加剂新品种

## 爱德万甜 (N- {N- [3- (3-羟基-4-甲氧基苯基) 丙基] -L-a-天冬氨酰} -L-苯丙氨酸-1-甲酯)

英文名称: N-[N-[3-(3-hydroxy-4-methoxyphenyl) propyl]-L- $\alpha$ -aspartyl]-L-phenylalanine  
1-methyl ester

功能分类: 甜味剂

### (一) 用量及使用范围

食品分类号	食品名称	最大使用量 (g/kg)	备注	
01.02	发酵乳和风味发酵乳	0.006	—	
03.0	冷冻饮品 (03.04 食用冰除外)	0.0005		
04.01.02	加工水果	0.12		
05.0	可可制品、巧克力和巧克力制品 (包括代可可脂巧克力及制品) 以及糖果	0.0005		
10.03	蛋制品 (改变其物理性状)	0.0004		
11.04	餐桌甜味料	按生产需要适量使用		
11.05	调味糖浆	按生产需要适量使用		
11.06	其他甜味料	按生产需要适量使用		
12.10	复合调味料	0.0005		
14.05	茶、咖啡、植物 (类) 饮料	0.003		
14.06	固体饮料	0.004		
16.01	果冻	0.0004		如用于果冻粉, 按冲调 倍数增加使用量

### (二) 质量规格要求

#### 1. 范围

本标准适用于以香兰素和阿斯巴甜经化学反应制得的食品添加剂爱德万甜 (N- {N- [3- (3-羟基-4-甲氧基苯基) 丙基] -L-a-天冬氨酰} -L-苯丙氨酸-1-甲酯)。

#### 2. 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

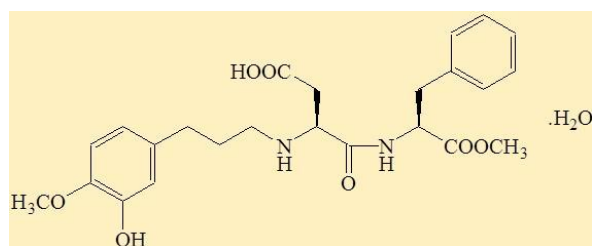
##### 2.1 化学名称

N- {N- [3- (3-羟基-4-甲氧基苯基) 丙基] -L-a-天冬氨酰} -L-苯丙氨酸-1-甲酯

##### 2.2 分子式

$C_{24}H_{30}N_2O_7 \cdot H_2O$

## 2.3 结构式



## 2.4 相对分子量

476.52 (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	白色到黄色粉末	将试样置于一洁净白纸上, 用目测法观察
状态	粉末	
气味	无异味	取适量样品, 闻其气味

### 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
爱德万甜, w/%	97.0 ~102.0	附录 A 中 A.2
爱德万甜酸, w/%	≤ 1	附录 A 中 A.3
其他相关物质, w/%	≤ 1.5	附录 A 中 A.3
比 旋 光 度 $\alpha_m(20\text{ }^\circ\text{C}, D)/[(\text{ }^\circ) \cdot \text{dm}^2 \cdot \text{kg}^{-1}]$	-45 ~-38	GB/T 613 <sup>a</sup>
水分, w/%	≤ 5.0	GB 5009.3 第四法 卡尔·费休法
灼烧残渣, w/%	≤ 0.2	GB/T 9741
砷 (As) /(mg/kg)	≤ 2	GB 5009.75
铅 (Pb) /(mg/kg)	≤ 1	GB 5009.12

<sup>a</sup> 配制质量分数为 0.2% 的试样溶液, 计算结果以干基计。

## 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中规定的三级水。试验中所用标准溶液、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 爱德万甜的测定

#### A.2.1 方法提要

用高效液相色谱测定法，在选定的工作条件下，通过色谱柱使试样溶液中各组份分离，用紫外检测器检测，用内标法定量，计算试样中爱德万甜的含量。

#### A.2.2 试剂与材料

A.2.2.1 爱德万甜标准品。

A.2.2.2 苯甲酸。

A.2.2.3 乙腈：色谱纯。

A.2.2.4 磷酸二氢钾。

A.2.2.5 磷酸。

#### A.2.3 仪器与设备

A.2.3.1 高效液相色谱仪（HPLC）。

A.2.3.2 恒流泵。

A.2.3.3 紫外检测器。

#### A.2.4 参考色谱分析条件

参考色谱分析条件见表 A.1。

表 A.1 参考色谱分析条件

色谱柱：	反相柱（C18），内径 4.6 mm×250 mm，5μm 粒径，或其他等效色谱柱	
色谱柱温度：	40℃	
流动相 A：	磷酸盐缓冲液（pH 2.8）和乙腈的混合液（75:25 体积比）	
流动相 B：	磷酸盐缓冲液（pH 2.8）和乙腈的混合液（50:50 体积比）	
流速：	1.0 mL/min	
进样量：	20 μL	
检测器：	紫外检测器，检测波长：280 nm	
运行时间：	55 min	
梯度洗脱程序：		
时间（min）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0	100	0
20	100	0
50	0	100
55	0	100

#### A.2.5 分析步骤

### A. 2. 5. 1 溶液制备

#### A. 2. 5. 1. 1 磷酸盐缓冲液的制备

准确称取 13.61 g 磷酸二氢钾 (A.2.2.4), 溶解在 1000 mL 水中, 用磷酸 (A.2.2.5) 调节 pH 为 2.8。

#### A. 2. 5. 1. 2 流动相 A

准确量取 750 mL 磷酸盐缓冲溶液 (A.2.5.1.1), 加入 250 mL 乙腈 (A.2.2.3), 混匀, 超声波处理约 5 min。

#### A. 2. 5. 1. 3 流动相 B

准确量取 500 mL 磷酸盐缓冲溶液, 加入 500 mL 乙腈 (A.2.2.3), 混匀, 超声波处理约 5 min。

#### A. 2. 5. 1. 4 水和乙腈的混合液 (7:3 体积比)

准确量取 300 mL 乙腈 (A.2.2.3), 加入 1000 mL 容量瓶中, 用水稀释到刻度。

#### A. 2. 5. 1. 5 内标溶液

准确称取约 40 mg 苯甲酸 (A.2.2.2), 溶解于水和乙腈的混合液 (A.2.5.1.4), 精确定容至 50mL。

#### A. 2. 5. 1. 6 标准贮备溶液

准确称取 40 mg 爱德万甜标准品 (A.2.2.1), 溶解于水与乙腈的混合液 (A.2.5.1.4), 定容至 50 mL。

#### A. 2. 5. 1. 7 标准溶液

用移液管吸取 8、9、10、11、12mL 标准贮备溶液 (A.2.5.1.6) 分别转入 5 个容量瓶中, 向每个容量瓶中加入 5 mL 内标溶液 (A.2.5.1.5), 然后加入水与乙腈的混合液 (A.2.5.1.4), 精准定容至 50 mL。

#### A. 2. 5. 1. 8 试样溶液

准确称取约 40 mg 试样, 溶解于水与乙腈的混合液 (A.2.5.1.4), 精准定容至 50 mL。用移液管移取 10 mL 该溶液, 转入 50 mL 容量瓶内, 精准地加入 5 mL 内标溶液 (A.2.5.1.5), 然后加入水与乙腈的混合液 (A.2.5.1.4), 并精确定容至刻度。

### A. 2. 5. 2 系统适应性

系统适用性要求1: 在爱德万甜标准品浓度最接近160  $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液色谱图中, 苯甲酸和爱德万甜色谱峰的分离度不低于10。(备注: 洗脱顺序必须是先苯甲酸, 然后爱德万甜。)

系统适用性要求 2: 当连续注射六次溶液时, 对于爱德万甜标准品浓度最接近 160  $\mu\text{g/mL}$  的标准溶液, 爱德万甜峰值保留时间的相对标准偏差不超过 1.0%。

### A. 2. 6 测定

分别将标准溶液注射到色谱仪中(包括标准贮备溶液), 记录色谱图, 测定所生成色谱图中主要色谱峰的峰面积响应值 (注: 爱德万甜保留时间约为 16.5 min)。爱德万甜典型液相色谱图参见附录 B。对于每种标准溶液, 计算爱德万甜峰面积响应值与内标物苯甲酸峰面积响应值的比率。绘制生成的峰面积响应值比率和标准溶液浓度之间的标准曲线。将试样溶液注射到色谱仪中, 记录色谱图, 测定所生成色谱图中主要色谱峰的峰面积响应值。计算爱德万甜峰值的峰面积响应值和内标物苯甲酸的峰面积响应的比率。利用标准曲线, 测定试样溶液



中爱德万甜浓度( $C_A$ ), 单位为  $\mu\text{g/mL}$ 。

### A. 2. 7 计算

试样中爱德万甜百分比 $W_A$ 按式 (A. 1) 计算:

$$W_A = \frac{C_A}{C_U} \times 100 \dots\dots\dots (A. 1)$$

式中:

$C_A$  ——由标准曲线测定的试样溶液爱德万甜浓度( $\mu\text{g/mL}$ );

$C_U$  ——试样溶液的浓度( $\mu\text{g/mL}$ );

100 ——百分比。

### A. 3 爱德万甜酸和其他相关物质的测定

#### A. 3. 1 方法提要

用高效液相色谱测定法, 在选定的工作条件下, 通过色谱柱使试样溶液中各组份分离, 用紫外检测器检测, 用内标法定量, 计算试样中爱德万甜酸和其他相关物质的含量。

#### A. 3. 2 试剂与材料

A. 3. 2. 1 爱德万甜酸标准品。

A. 3. 2. 2 爱德万甜标准品。

A. 3. 2. 3 乙腈: 分析纯。

A. 3. 2. 4 磷酸二氢钾。

A. 3. 2. 5 磷酸。

#### A. 3. 3 仪器与设备

A. 3. 3. 1 高效液相色谱系统 (HPLC)。

A. 3. 3. 2 恒流泵。

A. 3. 3. 3 紫外检测器。

#### A. 3. 4 参考色谱分析条件

参考色谱分析条件见表 A.2

表 A. 2 参考色谱分析条件

色谱柱:	反相柱 (C18), 内径 4.6 mm×250 mm, 5 $\mu\text{m}$ 粒径, 或其他等效色谱柱	
色谱柱温度:	50 $^{\circ}\text{C}$	
流动相 A:	磷酸盐缓冲液 (pH 2.8) 和乙腈混合液 (9: 1 体积比)	
流动相 B:	磷酸盐缓冲液 (pH 2.8) 和乙腈混合液 (2: 3 体积比)	
流速:	1.0 mL/min	
进样量:	20 $\mu\text{L}$	
检测器:	紫外检测器, 检测波长: 210 nm	
运行时间:	80 min	
梯度洗脱程序:		
时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	85	15
30.0	85	15

55.0	75	25
75.0	0	100
80.0	0	100
80.1	85	15
90.0	85	15

### A. 3.5 分析步骤

#### A. 3.5.1 溶液制备

##### A. 3.5.1.1 磷酸盐缓冲液的制备

准确称取 13.61 g 磷酸二氢钾 (A.3.2.4)，溶解在 1000 mL 水中，用磷酸 (A.3.2.5) 调节 pH 为 2.8，制成磷酸盐缓冲液。

##### A. 3.5.1.2 流动相 A

准确量取 900 mL 磷酸盐缓冲溶液 (A.3.5.1.1)，加入 100 mL 乙腈 (A.3.2.3)，混匀，用超声波处理约 5 min。

##### A. 3.5.1.3 流动相 B

准确量取 400 mL 磷酸盐缓冲溶液 (A.3.5.1.1)，加入 600 mL 乙腈 (A.3.2.3)，混匀，用超声波处理约 5 min。

##### A. 3.5.1.4 标准溶液制备

将爱德万甜酸标准品 (A.3.2.1) 溶解于水和乙腈混合液 (A.2.5.1.4)，配制成浓度为 15、10、2 和 0.2 μg/mL 的溶液。

##### A. 3.5.1.5 试样溶液制备

在水和乙腈混合液溶液 (A.2.5.1.4) 中溶解试样，配制成浓度为 1 mg/mL 的溶液。

##### A. 3.5.1.6 系统适应性溶液制备

在水和乙腈混合液溶液 (A.2.5.1.4) 中，制备含有 10 μg/mL 爱德万甜标准品 (A.3.2.2) 溶液，及 10 μg/mL 爱德万甜酸标准品 (A.3.2.1) 溶液。

#### A. 3.5.2 系统适应性要求

在系统适应性溶液谱图中，爱德万甜和爱德万甜酸色谱峰的分离度不小于 3.0。

备注：爱德万甜酸和爱德万甜的保留时间分别约为 29.6 min 和 56.0 min。

#### A. 3.6 测定

分别将标准溶液和试样溶液注入色谱仪中，记录色谱图；测定所生成色谱图中的峰面积响应值。爱德万甜酸和其他相关物质典型液相色谱图见附录 C。

#### A. 3.7 计算

爱德万甜酸的百分比  $W_{AA}$  按式 (A.2) 计算：

$$W_{AA} = \frac{r_u \times C_s}{r_s \times C_u} \times 100 \dots \dots \dots (A.2)$$

式中：

$r_u$  —— 试样溶液色谱图中爱德万甜酸的峰面积响应值；

$r_s$  —— 标准溶液色谱图中爱德万甜酸的峰面积响应值；

$C_s$  —— 标准溶液的浓度，单位 μg/mL；

$C_u$  —— 试样溶液的浓度, 单位  $\mu\text{g/mL}$ ;  
100 —— 百分比。

其他相关物质的总百分比  $W_Q$  按式 (A.3) 计算:

$$W_Q = \frac{r_T \times C_S}{r_S \times C_U} \times 100 \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

- $r_T$  —— 试样溶液色谱图中爱德万甜和爱德万甜酸之外其他成分的峰面积响应值之和;
- $r_S$  —— 标准溶液色谱图中爱德万甜酸的峰面积响应值;
- $C_S$  —— 标准溶液的浓度, 单位  $\mu\text{g/mL}$ ;
- $C_U$  —— 试样溶液的浓度, 单位  $\mu\text{g/mL}$ ;
- 100 —— 百分比。

## 附录 B 爱德万甜典型液相色谱图

### B.1 爱德万甜典型液相色谱图

爱德万甜典型液相色谱图见图 B.1。

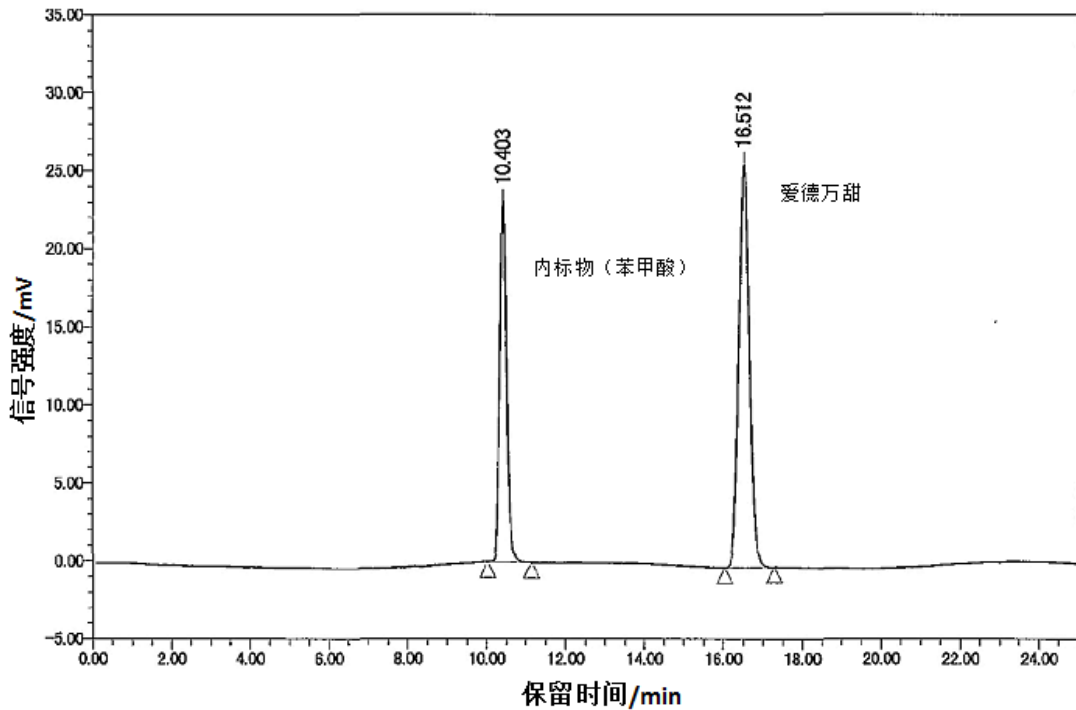


图 B.1 爱德万甜典型液相色谱图

## 附录 C

### 爱德万甜酸和其他相关物质典型液相色谱图

#### C.1 爱德万甜酸和其他相关物质典型液相色谱图

爱德万甜酸和其他相关物质典型液相色谱图见图 C.1。

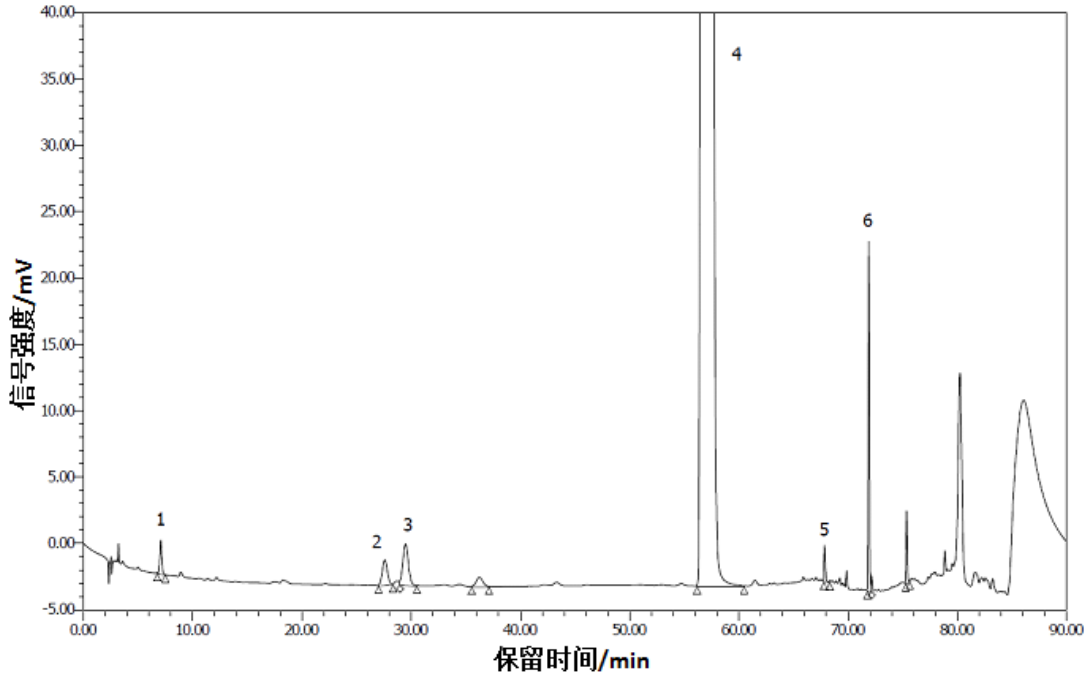


图 C.1 爱德万甜酸和其他相关物质典型液相色谱图

1. 阿斯巴甜 7.156
2. *N*-{*N*-[*N*-[3-(3-羟基-4-甲氧基苯基)丙基]- $\alpha$ -L-天冬氨酰]- $\alpha$ -L-天冬氨酰-L-苯丙氨酸 1- 甲酯 (N-Alkyl-AAPM) 27.664
3. 爱德万甜酸 29.250
4. 爱德万甜 56.894
5. *N*-{*N*-[3-(3-羟基-4-甲氧基苯基)戊基]- $\alpha$ -L-天冬酰胺酶}-L-苯丙氨酸 1-甲酯 (9801-D) 67.925
6. *N*-{*N*-[3-(3-羟基-4-甲氧基苯基)庚基]- $\alpha$ -L-天冬酰胺酶}-L-苯丙氨酸 1-甲酯 (9801-T) 71.972

## 附件 2

# 2-丙酰吡咯等 2 种食品用香料新品种

## 一、 2-丙酰吡咯

英文名称：2-Propionylpyrrole

功能分类：食品用香料

### （一）用量及使用范围

配制成食品用香精用于各类食品（GB2760-2014 表 B.1 食品类别除外），用量为按生产需要适量使用。

### （二）质量规格要求

#### 1 范围

本标准适用于由吡咯为原料经化学反应制得食品添加剂 2-丙酰吡咯。

#### 2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

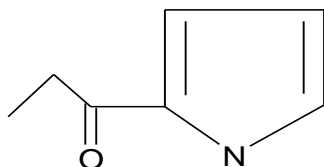
##### 2.1 化学名称

2-丙酰吡咯

##### 2.2 分子式

$C_7H_9NO$

##### 2.3 结构式



##### 2.4 相对分子质量

123.16 (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	白色至黄色	将试样置于一洁净白纸上，用目测法观察
状态	固体	
香气	橡胶、皮革、喹啉样气息	GB/T 14454.2

### 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
2-丙酰吡咯含量, w /%	≥ 99.0	附录 A
熔点 (°C)	49.0~52.0	GB/T 14457.3

#### 附录 A

##### 2-丙酰吡咯含量的测定

###### A.1 仪器和设备

A.1.1 色谱仪：按GB/T 11538—2006中第5章的规定。

A.1.2 柱：毛细管柱。

A.1.3 检测器：氢火焰离子化检测器。

###### A.2 测定方法

面积归一化法：按 GB/T 11538—2006 中 10.4 测定含量。

试样制备：称取试样 0.1g 溶于 10mL 无水乙醇中，摇匀备用。

###### A.3 重复性及结果表示

按 GB/T 11538—2006 中 11.4 规定进行，应符合要求。

食品添加剂 2-丙酰吡咯气相色谱图及操作条件参见附录 B。

#### 附录 B

##### 食品添加剂 2-丙酰吡咯气相色谱图及操作条件 (面积归一化法)

B.1 食品添加剂 2-丙酰吡咯气相色谱图见图B.1。



说明：

1—乙醇(溶剂)；

2—2-丙酰吡咯。

图 B.1 食品添加剂2-丙酰吡咯气相色谱图

## B.2 操作条件

- B.2.1 柱：毛细管柱，长25 m，内径0.20 mm。
- B.2.2 固定相：甲基硅。
- B.2.3 膜厚：0.33 μm。
- B.2.4 色谱炉温度：75 °C恒温4 min，然后线性程序升温从75 °C至220 °C，速率2 °C/min，最后在225 °C恒温8 min。
- B.2.5 进样口温度：250 °C。
- B.2.6 检测器温度：250 °C。
- B.2.7 检测器：氢火焰离子化检测器。
- B.2.8 载气：氮气。
- B.2.9 柱前压：0.06 MPa。
- B.2.10 进样量：0.1 μL。
- B.2.11 分流比：75:1。

---

## 二、 烯丙基-1-丙烯基二硫醚

英文名称：Allyl 1-propenyl disulfide

功能分类：食品用香料

### （一）用量及使用范围

配制成食品用香精用于各类食品（GB2760-2014 表 B.1 食品类别除外），用量为按生产需要适量使用。

### （二）质量规格要求

#### 1 范围

本标准适用于由烯丙基硫醇为原料经化学反应制得的食物添加剂烯丙基-1-丙烯基二硫醚。

#### 2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

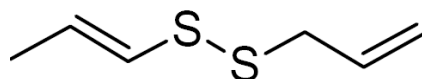
##### 2.1 化学名称

烯丙基-1-丙烯基二硫醚

##### 2.2 分子式

$C_6H_{10}S_2$

##### 2.3 结构式



##### 2.4 相对分子质量

146.27 (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	浅黄色	将试样置于比色管内，用目测法观察
状态	液体	
香气	大蒜样气息	GB/T 14454.2

### 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
烯丙基-1-丙烯基二硫醚含量, w/%	≥ 95.0 (两个异构体之和)	附录 A
折光指数(20 °C)	1.5412~1.5512	GB/T 14454.4
相对密度(20 °C/20 °C)	1.004~1.014	GB/T 11540

#### 附录 A

##### 烯丙基-1-丙烯基二硫醚含量的测定

#### A.1 仪器和设备

A.1.1 色谱仪：按GB/T 11538—2006中第5章的规定。

A.1.2 柱：毛细管柱。

A.1.3 检测器：氢火焰离子化检测器。

#### A.2 测定方法

面积归一化法：按 GB/T 11538—2006 中 10.4 测定含量。

#### A.3 重复性及结果表示

按 GB/T 11538—2006 中 11.4 规定进行，应符合要求。

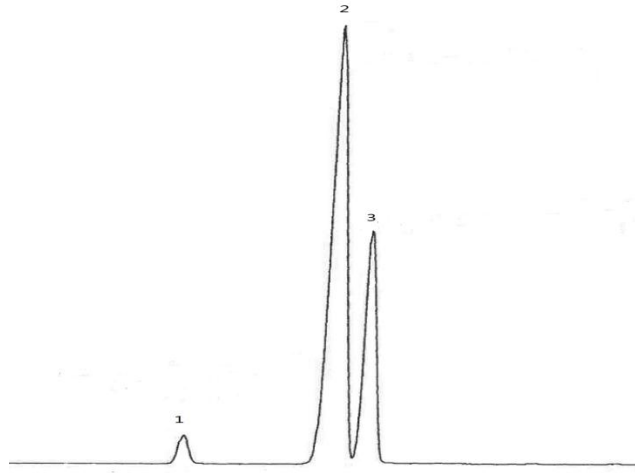
食品添加剂烯丙基-1-丙烯基二硫醚气相色谱图及操作条件参见附录 B。

#### 附录 B

##### 食品添加剂烯丙基-1-丙烯基二硫醚气相色谱图及操作条件 (面积归一化法)

B.1 食品添加剂烯丙基-1-丙烯基二硫醚气相色谱图见图B.1。





说明:

- 1—双(烯丙基硫)醚;
- 2—顺式-烯丙基-1-丙烯基二硫醚;
- 3—反式-烯丙基-1-丙烯基二硫醚。

图 B.1 食品添加剂烯丙基-1-丙烯基二硫醚气相色谱图

## B.2 操作条件

- B.2.1 柱: 毛细管柱, 长50 m, 内径0.32 mm。
- B.2.2 固定相: 甲基硅。
- B.2.3 膜厚: 0.5  $\mu\text{m}$ 。
- B.2.4 色谱炉温度: 75  $^{\circ}\text{C}$ 恒温4 min, 然后线性程序升温从75  $^{\circ}\text{C}$ 至220  $^{\circ}\text{C}$ , 速率2  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , 最后在220  $^{\circ}\text{C}$ 恒温8 min。
- B.2.5 进样口温度: 250  $^{\circ}\text{C}$ 。
- B.2.6 检测器温度: 250  $^{\circ}\text{C}$ 。
- B.2.7 检测器: 氢火焰离子化检测器。
- B.2.8 载气: 氮气。
- B.2.9 柱前压: 0.06 MPa。
- B.2.10 进样量: 0.1  $\mu\text{L}$ 。
- B.2.11 分流比: 75:1。

## 附件 3

# 食品工业用酶制剂新品种 $\beta$ -葡聚糖酶

酶	来源	供体
$\beta$ -葡聚糖酶	绳状青霉 <i>Penicillium funiculosum</i>	—

$\beta$ -葡聚糖酶的质量规格要求应符合《食品安全国家标准 食品工业用酶制剂》(GB1886.174-2016)的规定。

## 附件 4

# (6S)-5-甲基四氢叶酸，氨基葡萄糖盐等 2 种食品营养强化剂新品种

### 一、(6S)-5-甲基四氢叶酸，氨基葡萄糖盐

英文名称：(6S)-5-methyltetrahydrofolic acid, glucosamine salt

功能分类：食品营养强化剂

#### (一) 用量及使用范围

食品分类号	食品名称	使用量	备注
14.06	固体饮料	600 µg/kg ~ 6000 µg/kg	以叶酸计

#### (二) 质量规格要求

##### 1 范围

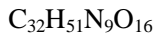
本标准适用于以叶酸为原料，经甲基化、盐化、结晶、冻干等工艺生产而成的食品营养强化剂 (6S)-5-甲基四氢叶酸，氨基葡萄糖盐。

##### 2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

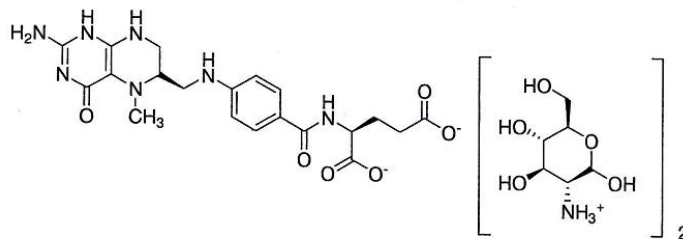
###### 2.1 化学名称

N-[4-[[[(6S)-2-氨基-1,4,5,6,7,8-六元-5-甲基-4-含氧-6-蝶啶]甲基]氨基]苯甲酰]-L-谷氨酸，氨基葡萄糖盐

###### 2.2 分子式



###### 2.3 结构式



###### 2.4 相对分子质量

817.80 (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	乳白色至淡棕色	取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，观察其色泽和状态
状态	粉末，无肉眼可见杂质	

气味	无臭	态、嗅其气味。
----	----	---------

### 3.2 理化指标

理化指标应符合表 2 的要求。

表 2 理化指标

项 目		指 标	检验方法
(6S)-5-甲基四氢叶酸, 氨基葡萄糖盐, w/%		96 ~ 105	附录 A中A.2
(6S)-5-甲基四氢叶酸 (以干基计), w/%		54 ~ 59	附录 A中A.2
氨基葡萄糖 (以干基计), w/%		34 ~ 46	附录 A中A.3
非对映异构体 ((6S)-5-甲基四氢叶酸), w/%		≥ 99.0	附录 A中A.4
水分, w/%		≤ 8	GB 5009.3 第四法
灰分, w/%		≤ 0.2	GB 5009.4
重金属(以Pb计)/(mg/kg)		≤ 10	GB 5009.74
铅(Pb)/(mg/kg)		≤ 2.0	GB 5009.12
镉(Cd)/(mg/kg)		≤ 1.0	GB 5009.15
汞(Hg)/(mg/kg)		≤ 0.1	GB 5009.17
杂质	4-氨基苯甲酰谷氨酸 (ABGA), w/%	≤ 0.3	附录 A中A.5
	4 $\alpha$ -羟基-5-甲基四氢叶酸 (HOMeTHFA), w/%	≤ 1.0	附录 A中A.5
	(6S)-吡嗪-s-三嗪衍生物 [(6S)-Mefox], w/%	≤ 0.3	附录 A中A.5
	5-甲基四氢蝶酸 (MeTHPA), w/%	≤ 0.3	附录 A中A.5
	总杂质, w/%	≤ 2.5	附录 A中A.5

### 3.3 微生物指标

微生物指标应符合表 3 的规定。

表 3 微生物指标

项 目	指 标	检验方法
菌落总数/(CFU/g)	≤ 100	GB 4789.2
大肠菌群/(MPN/g)	< 3.0	GB 4789.3
霉菌和酵母/(CFU/g)	≤ 100	GB 4789.15
致病菌 (沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌)	不得检出	GB 4789.4、GB 4789.5、GB 4789.10

## 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 规定的一级水。试验中所用标准溶液、杂质测定用标准溶液、制剂和制品, 在没有注明其他要求时, 均按 GB/T 601、GB/T 602、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 (6S)-5-甲基四氢叶酸, 氨基葡萄糖盐和 (6S)-5-甲基四氢叶酸 (以干基计) 的测定

##### A.2.1 试剂和材料

##### A.2.1.1 水。

- A. 2. 1. 2 乙腈，色谱纯。
- A. 2. 1. 3 磷酸二氢钾。
- A. 2. 1. 4 氢氧化钾。
- A. 2. 1. 5 (6S)-5-甲基四氢叶酸钙盐标准品：摩尔质量  $M_{C_{20}H_{23}CaN_7O_6}=497.52 \text{ g/mol}$ 。
- A. 2. 1. 6 氢氧化钾溶液： $c(\text{KOH})=20 \text{ g/100 mL}$ 。

#### A. 2. 2 仪器和设备

高效液相色谱仪：配备紫外-可见光检测器。

#### A. 2. 3 参考色谱条件

参考色谱条件见表A.1。

表A. 1 参考色谱条件

色谱柱	反相 $C_{18}$ 柱，4.6 mm×250 mm，粒径 5 $\mu\text{m}$ ；或其他等效的色谱柱。
流动相	流动相A：称取6.8 g 磷酸二氢钾溶解于1L水中，用氢氧化钾溶液调节pH至6.5。过滤并超声。
	流动相B：称取4.08 g 磷酸二氢钾溶解于 650 mL 水中，与 350 mL 乙腈混合，用氢氧化钾溶液调节pH至 8.0。过滤并超声。
流速	1.0 mL/min
检测波长	280 nm
柱温	25 $^{\circ}\text{C}$
运行时长	36 min
进样体积	10 $\mu\text{L}$

#### A. 2. 4 线性梯度情况

线性梯度情况见表A.2。

表A. 2 线性梯度情况

时间 (min)	流动相 B%	步骤
0	0	等度
15	40	线性梯度
17	70	线性梯度
22	70	等度
31	0	线性梯度
36	0	线性梯度

(6S)-5-甲基四氢叶酸的保留时间 (Rt)：约13 min

5-甲基四氢蝶酸的保留时间 (Rt)：约15 min

#### A. 2. 5 分析步骤

##### A. 2. 5. 1 标准溶液的制备

称取一定量的(6S)-5-甲基四氢叶酸钙盐标准品（相当于0.040 g (6S)-5-甲基四氢叶酸），精确至0.000 1 g，置于100 mL 容量瓶中，先用少量水溶解，再用水稀释至刻度，摇匀。所得溶液在低于20  $^{\circ}\text{C}$ 环境下（在超声浴中放入冰块）超声2 min，经0.45  $\mu\text{m}$  滤膜过滤后立即进样。

##### A. 2. 5. 2 试样溶液的制备

称取0.070 g 试样，精确至0.000 1 g，置于100 mL 容量瓶中，先用少量水溶解，再用水稀释至刻度，摇匀。所得溶液在低于20 ℃ 环境下（在超声浴中放入冰块）超声2 min，经0.45 μm 滤膜过滤后立即进样。(6S)-5-甲基四氢叶酸试样溶液的参考色谱图见附录B。

#### A. 2. 5. 3 系统适用性试验

按照以下步骤执行系统适用性试验。使用带冷却功能的自动进样器，设置温度低于8℃；若使用不带冷却功能的进样器，进样前需将溶液在2℃~ 8℃ 下储存。进行五次标准溶液进样，计算如下参数见表A.3。

表A. 3 系统适用性试验参数

参数		限值
RSD (峰面积), %	≤	2.0
RSD (保留时间), %	≤	1.0
拖尾因子	≤	2
理论塔板数	≥	40000

#### A. 2. 5. 4 测定

在表A.1色谱条件下，将水（不含溶质）注入，按照上述时间运行色谱仪。然后分别对标准溶液和试样溶液进行色谱分析。

[注：分析结束后，使用乙腈和水（65：35）的混合溶液冲洗色谱柱，随后用乙腈和水（65：35）混合溶液封柱。]

#### A. 2. 6 结果计算

(6S)-5-甲基四氢叶酸(以干基计)的质量分数  $w_1$ ，按式 (A.1) 计算：

$$w_1 = \frac{A_C \times m_{Std} \times T\%}{A_{Std} \times m_C \times (100\% - M)} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

- $A_C$  —— 试样溶液色谱图中(6S)-5-甲基四氢叶酸的峰面积；
- $m_{Std}$  —— 标准品的质量，单位为克 (g)；
- $T\%$  —— (6S)-5-甲基四氢叶酸钙盐标准品中(6S)-5-甲基四氢叶酸的质量分数 (%)；
- $A_{Std}$  —— 标准溶液色谱图中(6S)-5-甲基四氢叶酸的峰面积；
- $m_C$  —— 试样的质量，单位为克 (g)；
- $M$  —— 试样的水分含量 (%)。

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应超过算术平均值的2%。

(6S)-5-甲基四氢叶酸，氨基葡萄糖盐的质量分数  $w_2$ ，按式 (A.2) 计算：

$$w_2 = \frac{w_1 \times M_1}{M_2} \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

$w_1$ ——(6S)-5-甲基四氢叶酸（以干基计）的质量分数（%）；

$M_1$ ——(6S)-5-甲基四氢叶酸，氨基葡萄糖盐的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）  
（ $M_{C_{32}H_{51}N_9O_{16}}=817.80$ ）；

$M_2$ ——(6S)-5-甲基四氢叶酸的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M_{C_{20}H_{25}N_7O_6}=459.45$ ）。

### A. 3 氨基葡萄糖（以干基计）的测定

#### A. 3. 1 试剂和材料

A. 3. 1. 1 水。

A. 3. 1. 2 85%磷酸。

A. 3. 1. 3 乙腈，色谱纯。

A. 3. 1. 4 磷酸二氢钾。

A. 3. 1. 5 氢氧化钾。

A. 3. 1. 6 D-(+)-氨基葡萄糖盐酸盐标准品：摩尔质量  $M_{C_6H_{13}NO_5 \cdot HCl}=215.63$  g / mol。

A. 3. 1. 7 乙腈-水溶液（1+1，体积比）：量取500 mL 水和500 mL 乙腈，混匀。

A. 3. 1. 8 氢氧化钾溶液： $c(KOH)=20$  g / 100 mL。

A. 3. 1. 9 20 mmol / L 磷酸盐缓冲溶液：精确称取2.72 g 磷酸二氢钾溶于水，用氢氧化钾溶液将pH准确调至7.5，加水定容至1 000 mL，过滤并超声。

#### A. 3. 2 仪器和设备

高效液相色谱仪：配备紫外-可见光检测器。

#### A. 3. 3 参考色谱条件

参考色谱条件见表A.4。

表A. 4 参考色谱条件

色谱柱	NH <sub>2</sub> 柱，4.6 mm×250 mm，粒径5μm；或其他等效的色谱柱。
流动相	乙腈:20 mmol/L磷酸盐缓冲液=75:25
流动速度	1.5 mL/min
检测波长	195 nm
柱温	35 °C
进样量	10 μL
时间	30 min

氨基葡萄糖的保留时间：约18 min

#### A. 3. 4 分析步骤

##### A. 3. 4. 1 氨基葡萄糖盐酸盐标准溶液的制备

称取0.375 g 氨基葡萄糖盐酸盐标准品，精确至0.000 1 g，置于100 mL 容量瓶中，加50 mL 乙腈-水溶液溶解后，用乙腈-水溶液定容至刻度，摇匀，立刻过滤并进样。

##### A. 3. 4. 2 试样溶液的制备

称取0.350 g 试样，精确至0.000 1 g，置于100 mL 容量瓶中，加50 mL 乙腈-水溶液溶解后，加乙腈-水溶液定容至刻度，摇匀，立刻过滤并进样。氨基葡萄糖试样溶液的参考色谱图见附录B。

##### A. 3. 4. 3 系统适用性试验

氨基葡萄糖盐酸盐标准溶液进样5次，确定峰面积相对标准差（RSD）、拖尾因子和理

论塔板数。合格标准：RSD≤2.0%，拖尾因子≤2.0，理论塔板数≥1500。

#### A. 3. 4. 4 测定

按表A.4色谱条件，先注入氨基葡萄糖盐酸盐标准溶液，根据上述时长进行色谱测定，记录色谱图，另取试样溶液，同法测定。

#### A. 3. 5 结果计算

氨基葡萄糖（以干基计）的质量分数  $w_3$ ，按式（A.3）计算：

$$w_3 = \frac{A_C \times m_{Std} \times T\%}{A_{Std} \times m_C \times (100\% - M)} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

$A_C$  ——试样溶液色谱图中氨基葡萄糖的峰面积；

$m_{Std}$  ——标准品的质量，单位为克（g）；

$T\%$  ——D-(+)-氨基葡萄糖盐酸盐标准品中D-(+)-氨基葡萄糖的质量分数（%）；

$A_{Std}$  ——标准溶液色谱图中氨基葡萄糖的峰面积；

$m_C$  ——试样的质量，单位为克（g）；

$M$  ——试样的水分含量（%）。

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应超过算术平均值的2%。

### A. 4 非对映异构体（(6S)-5-甲基四氢叶酸）的测定

#### A. 4. 1 试剂和材料

A. 4. 1. 1 水。

A. 4. 1. 2 异丙醇，色谱纯。

A. 4. 1. 3 磷酸二氢钠。

A. 4. 1. 4 氢氧化钠。

A. 4. 1. 5 (6R,S)-5-甲基四氢叶酸钙盐。

A. 4. 1. 6 氢氧化钠溶液：c (NaOH)= 10 g / 100 mL

A. 4. 1. 7 100 mmol / L 磷酸钠缓冲溶液：将12.0 g 磷酸二氢钠溶于水中，用氢氧化钠溶液调节pH至7.0，加水定容至1 000 mL，过滤并超声。

#### A. 4. 2 仪器和设备

高效液相色谱仪：配备紫外-可见光检测器。

#### A. 4. 3 参考色谱条件

参考色谱条件见表A.5。

表A. 5 参考色谱条件

色谱柱	HSA手性柱，4.0 mm×100 mm，粒径5 μm；或其他等效的色谱柱。
流动相	异丙醇：100 mmol / L 磷酸钠缓冲溶液= 6:94
流速	0.7 mL / min，调整流速，使(6S)-5-甲基四氢叶酸保留时间约为4.7 min
检测波长	225 nm
柱温	30 ℃
运行时长	20 min
进样量	5 μL
(6R)、(6S)分离度	不小于2



#### A. 4. 4 分析步骤

##### A. 4. 4. 1 标准溶液的制备(用于峰识别和计算分离度)

称取约0.025 g (6R,S)-5-甲基四氢叶酸钙盐, 精确至0.000 1 g, 置于100 mL 容量瓶中, 用90 mL水溶解, 20 ℃ 超声1 min, 用水定容至刻度。移取5 mL 该溶液至10 mL 容量瓶中, 用流动相定容, 经0.45 μm 滤膜过滤后立即进样。

##### A. 4. 4. 2 试样溶液的制备

称取约0.035 g 试样, 精确至0.000 1 g, 置于100 mL 容量瓶中, 用90 mL 水溶解。20 ℃ 超声1 min, 用水定容至刻度。移取5 mL 该溶液至10 mL 容量瓶中, 用流动相定容, 经0.45 μm 滤膜过滤后立即进样。

##### A. 4. 4. 3 测定

首先进样标准溶液, 检查系统适用性。(6S)-5-甲基四氢叶酸和(6R)-5-甲基四氢叶酸的分离度应不小于2。然后进样试样溶液。

分离度 $R$ , 按式(A.4)计算:

$$R = \frac{1.18 \times (T_2 - T_1)}{W_1 + W_2} \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

$T_2$  ——相邻两色谱峰中后一峰的保留时间, 单位为分钟 (min);

$T_1$  ——相邻两色谱峰中前一峰的保留时间, 单位为分钟 (min);

$W_1$  ——相邻两色谱峰中前一峰的半高峰宽;

$W_2$  ——相邻两色谱峰中后一峰的半高峰宽;

1.18 ——分离度系数。

##### A. 4. 4. 4 保留时间

(6S)-5-甲基四氢叶酸: 约4.7 min。

(6R)-5-甲基四氢叶酸: 约8.7 min。

注: 标准溶液和试样溶液必须在制备好后立即进样。

##### A. 4. 5 结果计算

非对映异构体(6S)-5-甲基四氢叶酸的质量分数  $w_4$ , 按式(A.5)计算:

$$w_4 = \frac{A_S}{A_S + A_R} \times 100\% \dots\dots\dots (A.5)$$

式中:

$A_S$  ——试样溶液色谱图中 (6S)-5-甲基四氢叶酸的峰面积;

$A_R$  ——试样溶液色谱图中 (6R)-5-甲基四氢叶酸的峰面积;

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应超过算术平均值的2%。

#### A. 5 杂质的测定

#### A. 5.1 试剂和材料

A. 5.1.1 水。

A. 5.1.2 磷酸二氢钾。

A. 5.1.3 氢氧化钾。

A. 5.1.4 乙腈，色谱纯。

A. 5.1.5 (6S)-5-甲基四氢叶酸钙盐标准品：摩尔质量  $M_{C_{20}H_{23}CaN_7O_6}=497.52 \text{ g/mol}$ 。

A. 5.1.6 氢氧化钾溶液： $c(\text{KOH})=20 \text{ g}/100 \text{ mL}$

#### A. 5.2 仪器和设备

高效液相色谱仪：配备紫外-可见光检测器。

#### A. 5.3 参考色谱条件

参考色谱条件见表A.6。

表A.6 参考色谱条件

色谱柱	反相 $C_{18}$ 柱，4.6 mm×250 mm，粒径5 $\mu\text{m}$ ；或其他等效的色谱柱。
流动相	流动相A：称取 6.8 g 磷酸二氢钾溶于1 L 水中，用氢氧化钾溶液调节 pH至6.5。过滤并超声。
	流动相B：称取4.08 g 磷酸二氢钾溶于 650 mL 水中，与 350 mL 乙腈混合，用氢氧化钾溶液调节 pH至 8.0。过滤并超声。
流速	1.0 mL/min
检测波长	280 nm
柱温	25 $^{\circ}\text{C}$
运行时长	36 min
进样量	10 $\mu\text{L}$

#### A. 5.4 线性梯度情况

线性梯度情况见表A.7。

表A.7 线性梯度情况

时间 (min)	流动相 B%	步骤
0	0	等度
15	40	线性梯度
17	70	线性梯度
22	70	等度
31	0	线性梯度
36	0	线性梯度

(6S)-5-甲基四氢叶酸的保留时间 (Rt)：约13 min。

5-甲基四氢蝶酸的保留时间 (Rt)：约15 min。

#### A. 5.5 分析步骤

##### A. 5.5.1 标准溶液的制备

称取一定量的(6S)-5-甲基四氢叶酸钙盐标准品[相当于0.040 g (6S)-5-甲基四氢叶酸]，精确至0.000 1 g，置于100 mL 容量瓶中，用少量水溶解，再用水稀释至刻度，摇匀。所得溶液在低于20  $^{\circ}\text{C}$  环境下（在超声浴中放入冰块）超声2 min。经0.45  $\mu\text{m}$  滤膜过滤后立即

进样。

#### A. 5. 5. 2 试样溶液的制备

称取0.070 g 试样，精确至0.000 1 g，置于100 mL 容量瓶中，用少量水溶解，再用水稀释至刻度，摇匀。所得溶液在低于20 ℃ 环境下（在超声浴中放入冰块）超声2 min。经0.45 μm 滤膜过滤后立即进样。

#### A. 5. 5. 3 保留时间（近似值）

表A. 8 单个杂质的保留时间

杂质	指示性保留时间 (min)
4-氨基苯甲酰谷氨酸 (ABGA)	5.6
4α-羟基-5-甲基四氢叶酸 (HOMeTHFA)	6.5
(6S)-吡嗪-s-三嗪衍生物 [(6S)-Mefox]	8.6
5-甲基四氢叶酸 (5-MTHF)	13.2
5-甲基四氢蝶酸 (MeTHPA)	14.7

#### A. 5. 5. 4 系统适用性试验

按照以下步骤执行系统适用性试验。进行五次标准溶液进样，计算如下参数：

表A. 9 系统适用性试验参数

参数	限值
RSD（面积），%	≤ 2.0
RSD（保留时间），%	≤ 1.0
拖尾因子	≤ 2
理论塔板数	≥ 40000

#### A. 5. 5. 5 测定

在测试条件下进样水（空白），运行色谱系统至规定时间。以相同步骤分析标准溶液和试样溶液。

[注意：分析结束后，使用乙腈和水（65：35）的混合液冲洗色谱柱，然后用乙腈和水（65：35）混合溶液封柱。]

#### A. 5. 6 结果计算

利用试样溶液色谱图计算所有单个杂质的质量分数  $X_i$ ，范围包括除主峰以外的所有色谱峰，并忽略试样溶液（0.1 %）色谱图中峰面积为主峰面积0.1 倍的所有峰。

单个杂质的质量分数  $X_i$ ，按式（A.6）计算：

$$X_i = \frac{A_i \times m_{Std} \times T\% \times (RF)_i}{A_{Std} \times m_C} \dots\dots\dots (A.6)$$

式中：

$A_i$  ——试样溶液色谱图中单个杂质的峰面积；

$m_{Std}$  ——标准品的质量，单位为克（g）；

$T\%$  ——(6S)-5-甲基四氢叶酸钙盐标准品中(6S)-5-甲基四氢叶酸的质量分数（%）；

$(RF)_i$  ——单个杂质的响应因子。

$A_{Std}$  ——标准溶液色谱图中(6S)-5-甲基四氢叶酸的峰面积；

$m_c$  ——试样的质量，单位为克（g）；

注：5-甲基四氢蝶酸的RF为0.68，其他单个杂质的RF均为1.00。

总杂质为单个杂质的质量分数相加，总杂质的质量分数 $w_5$ ，按式（A.7）计算：

$$w_5 = \sum X_i \dots\dots\dots (A.7)$$

式中：

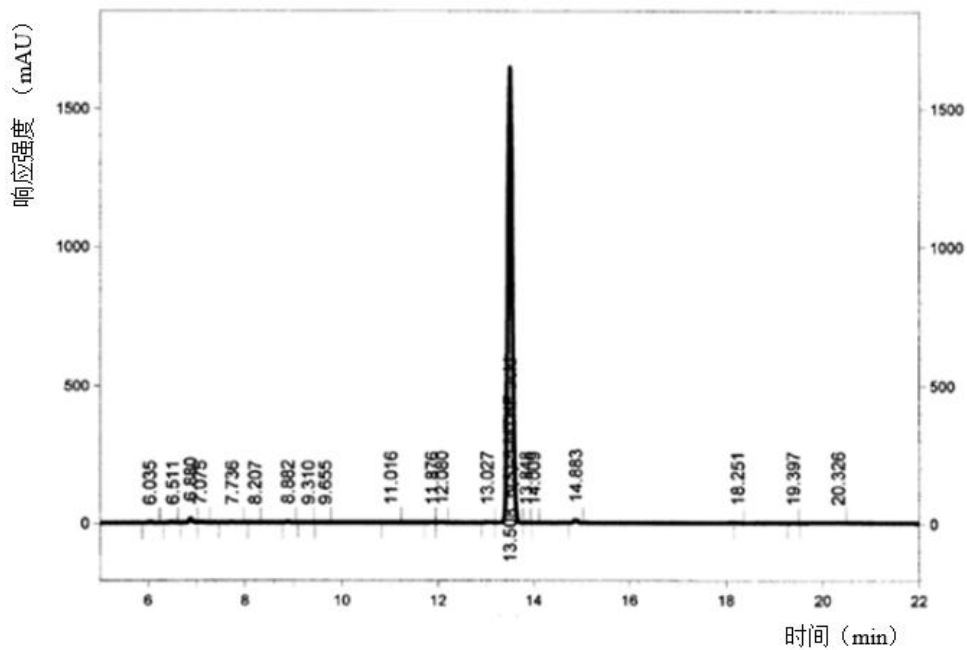
$X_i$  ——单个杂质的质量分数（%）。

## 附录 B

### (6S)-5-甲基四氢叶酸，氨基葡萄糖含量测定高效液相色谱图

#### B.1 (6S)-5-甲基四氢叶酸的参考色谱

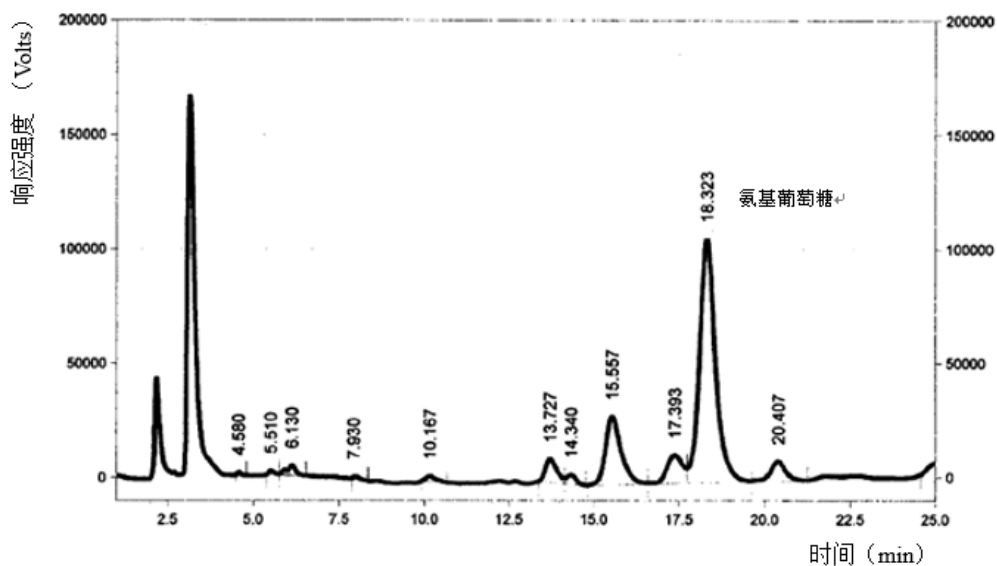
(6S)-5-甲基四氢叶酸的参考色谱见图B.1。



图B.1 (6S)-5-甲基四氢叶酸的参考色谱图

#### B.2 氨基葡萄糖的参考色谱图

氨基葡萄糖的参考色谱图见图B.2。



图B.2 氨基葡萄糖的参考色谱图

## 二、低聚半乳糖（乳清滤出液来源）

英文名称：Galacto-oligosaccharides（GOS）（sourced from whey permeate）

功能分类：食品营养强化剂

### （一）用量及使用范围

食品分类号	食品名称	使用量
13.01	婴幼儿配方食品	单独或混合使用，该类物质的总量不超过 64.5 g/kg
13.02.01	婴幼儿谷类辅助食品	

### （二）质量规格要求

#### 1 范围

本标准适用于以乳清滤出液为原料，经米曲霉(*Aspergillus oryzae*)生产的 $\beta$ -半乳糖苷酶催化水解半乳糖苷键，将乳糖水解成为半乳糖和葡萄糖，同时通过转移半乳糖苷的作用，将水解下来的半乳糖苷转移到乳糖分子，制成的食品营养强化剂低聚半乳糖。

#### 2 技术要求

##### 2.1 感官要求

感官要求应符合表 1 的规定。

表1 感官要求

项 目	指 标	检 验 方 法
色泽与状态	白色或微黄色粉末	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘或烧杯中，在自然光线下，观察其色泽和状态，并嗅（品）其味
气味	无异味	
滋味	味甜	

##### 2.2 理化要求

理化指标要求应符合表 2 的规定。

表2 理化指标

项 目	指 标	检 验 方 法
低聚半乳糖含量（以干基计），w/%	$\geq$ 46	附录 A 中 A.2
乳糖含量（以干基计），w/%	25 ~45	附录 A 中 A.3
葡萄糖含量（以干基计），w/%	$\leq$ 10	附录 A 中 A.4
半乳糖含量（以干基计），w/%	$\leq$ 5	附录 A 中 A.4
唾液乳糖含量（以干基计），w/%	$\geq$ 0.2	附录 A 中 A.5
蛋白质（以干基计），w/%	$\leq$ 4.47	GB 5009.5
水分,w/%	$\leq$ 5.5	GB/T 20884
灰分（以干基计），w/%	$\leq$ 4	GB 5009.4
pH(10% 溶液)	5 ~6	GB/T 20885
铅（以 Pb 计）/（mg/kg）	$\leq$ 0.1	GB 5009.12

##### 2.3 微生物要求

微生物指标要求应符合表 3 的规定。

表3 微生物指标

项 目	指 标	检 验 方 法	
菌落总数/(CFU /g)	≤	3000	GB 4789.2
大肠菌群/(CFU /g)	≤	10	GB 4789.3
霉菌/(CFU /g)	≤	50	GB 4789.15
酵母菌/(CFU /g)	≤	50	GB 4789.15
金黄色葡萄球菌/25 g		不得检出	GB 4789.10
沙门氏菌/25 g		不得检出	GB 4789.4

## 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 中规定的三级水。试验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 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 低聚半乳糖含量的测定

##### A. 2.1 高效液相色谱双柱法

###### A. 2.1.1 方法提要

试样用水提取后，分别利用银型阳离子交换柱、氨基柱分离，高效液相色谱-示差检测器测定，面积归一化法进行定量。

###### A. 2.1.2 试剂和材料

A. 2.1.2.1 乙腈：色谱纯。

A. 2.1.2.2 半乳糖、葡萄糖、乳糖、异乳糖、低聚半乳二糖、低聚半乳三糖、低聚半乳四糖、低聚半乳五糖、低聚半乳六糖、低聚半乳七糖、低聚半乳八糖标准品（纯度≥95%）。

A. 2.1.2.3 半乳糖、葡萄糖、乳糖、低聚半乳二糖、低聚半乳三糖、低聚半乳四糖、低聚半乳五糖、低聚半乳六糖、低聚半乳七糖、低聚半乳八糖各单组份标准溶液。

称取适量的半乳糖、葡萄糖、乳糖、低聚半乳二糖、低聚半乳三糖、低聚半乳四糖、低聚半乳五糖、低聚半乳六糖、低聚半乳七糖、低聚半乳八糖标准品，分别用适量的水溶解，配制成浓度分别为20 mg/mL的各单组份标准溶液。

###### A. 2.1.3 仪器和设备

A. 2.1.3.1 高效液相色谱仪，带示差检测器。

A. 2.1.3.2 超声波振荡器。

###### A. 2.1.4 分析步骤

###### A. 2.1.4.1 试样溶液的制备

称取试样 1.0 g，加适量的水溶解，于超声波振荡器中振荡 10 min，用水定容至 100 mL，混匀，0.2 μm 微孔滤膜过滤，用于银型阳离子交换柱测定。称取试样 5.0 g，加适量的水溶解，

于超声波振荡器中振荡 10 min，用水定容至 100 mL，混匀，0.2 μm 微孔滤膜过滤，用于氨基柱测定。

#### A. 2. 1. 4. 2 参考色谱条件

##### A. 2. 1. 4. 2. 1 银型阳离子交换柱参考色谱条件

A. 2. 1. 4. 2. 1. 1 银型阳离子交换柱（10 mm×200 mm）；或具有同等性能的色谱柱。

A. 2. 1. 4. 2. 1. 2 检测器温度：50℃。

A. 2. 1. 4. 2. 1. 3 流动相流速：0.3 mL/min。

A. 2. 1. 4. 2. 1. 4 柱温：75℃。

A. 2. 1. 4. 2. 1. 5 进样量：20 μL。

A. 2. 1. 4. 2. 1. 6 流动相：高纯水。

##### A. 2. 1. 4. 2. 2 氨基柱参考色谱条件

A. 2. 1. 4. 2. 2. 1 氨基柱（250 mm×4.6 mm，5 μm）；或具有同等性能的色谱柱。

A. 2. 1. 4. 2. 2. 2 流动相：乙腈：水=70：30。

A. 2. 1. 4. 2. 2. 3 流动相流速：1.0 mL/min。

A. 2. 1. 4. 2. 2. 4 检测器温度：40℃。

A. 2. 1. 4. 2. 2. 5 柱温：35℃。

A. 2. 1. 4. 2. 2. 6 进样量：20 μL。

#### A. 2. 1. 5 定性测定

在参考色谱条件（A.2.1.4.2.1）和（A.2.1.4.2.2）下，根据各单糖标准品的保留时间，与待测样品中组份的保留时间进行定性，定性色谱图参见附录B中图B.1和图B.2。

#### A. 2. 1. 6 定量测定

A. 2. 1. 6. 1 按照银型阳离子交换柱参考色谱条件（A.2.1.4.2.1）稳定好高效液相色谱仪，将制备的样品（A.2.1.4.1），注入高效液相色谱仪中，测定样品中各组份色谱峰面积，采用面积归一化法计算各组份相对百分含量。

A. 2. 1. 6. 2 按照氨基柱参考色谱条件（A.2.1.4.2.2）稳定好高效液相色谱仪，将制备的样品（A.2.1.4.1），注入高效液相色谱仪中，测定样品中各组份色谱峰面积，采用面积归一化法计算各组份相对百分含量。

#### A. 2. 1. 7 结果计算

A. 2. 1. 7. 1 银型阳离子交换柱，试样中组份*i*占总糖的相对百分比含量*DP<sub>i</sub>*按式（A.1）计算：

$$DP_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

*A<sub>i</sub>* —— 试样中组份*i*的峰面积；

$\sum A_i$  —— 试样中所有各组份的峰面积的总和；

100 —— 单位换算系数。

A. 2. 1. 7. 2 氨基柱，试样中乳糖在总二糖中的百分比含量*X<sub>lac</sub>*按式（A.2）计算。



$$X_{lac} = \frac{A_{lac}}{A_{gd} + A_{is} + A_{lac}} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

$A_{gd}$ ——试样中低聚半乳糖二糖的峰面积；

$A_{is}$  ——试样中异乳糖的峰面积；

$A_{lac}$ ——试样中乳糖的峰面积；

100 ——单位换算系数。

A. 2. 1. 7. 3 试样中低聚半乳糖百分比含量 $G_n$ 按式 (A.3) 计算。

$$G_n = 100 - DP_{gl} - DP_{glu} - X_{lac} \times PD_2 \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

$DP_{gl}$  ——试样中半乳糖在总糖中的百分含量，%；

$DP_{glu}$  ——试样中葡萄糖在总糖中的百分含量，%；

$PD_2$  —— 总二糖（低聚半乳糖二糖、乳糖、异乳糖）在总糖中的百分含量，%；

100 —— 单位换算系数。

#### A. 2. 1. 8 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过其算术平均值的5%。

#### A. 2. 2 高效液相色谱法

##### A. 2. 2. 1 方法提要

在邻氨基苯甲酸酰胺标记后，利用内标法确定不同低聚糖的摩尔浓度，通过不同低聚糖的分子量，将摩尔浓度换算为质量浓度进行定量。

##### A. 2. 2. 2 试剂和材料

A. 2. 2. 2. 1 二甲亚砜，纯度> 99.9%。

A. 2. 2. 2. 2 邻氨基苯甲酸酰胺，纯度> 98%。

A. 2. 2. 2. 3 氰基硼氢化钠，纯度> 95%。

A. 2. 2. 2. 4 甲酸 纯度：98~100%。

A. 2. 2. 2. 5 乙腈，纯度> 99%。

A. 2. 2. 2. 6 25%氢氧化铵溶液。

A. 2. 2. 2. 7 昆布三糖，纯度> 90%。

A. 2. 2. 2. 8 麦芽三糖，纯度> 95%。

A. 2. 2. 2. 9 无水乙酸，纯度：100%。

A. 2. 2. 2. 10 麦芽三糖标准储备液：3.0  $\mu\text{mol/mL}$ 。

称取 75.0 $\pm$ 5.0mg 麦芽三糖(A.2.2.2.8)，精确到 0.1 mg。在 50mL 容量瓶中用 40 mL 水溶解，加水定容至刻度。此溶液可在 4  $^{\circ}\text{C}$  下存放 1 周。

A. 2. 2. 2. 11 麦芽三糖标准工作液：0.30  $\mu\text{mol/mL}$ 。

用移液枪量取 10.0 mL 麦芽三糖标准储备液(A.2.2.2.10) 到 100 mL 容量瓶中，加水定容至刻度。此溶液可在 4  $^{\circ}\text{C}$  下存放 1 周。

A. 2. 2. 2. 12 昆布三糖内标标准储备液：2.0  $\mu\text{mol/mL}$ 。

定量移取 50mg 昆布三糖(A.2.2.2.7)和大约 15 mL 水至 50 mL 容量瓶中,加水定容至刻度。此溶液可在-18℃下存放 1 年。

**A. 2. 2. 2. 13 昆布三糖内标标准工作液: 0.4 μmol/mL。**

用移液枪移取 4 mL 昆布三糖内标标准储备液(A.2.2.2.12)至 20 mL 容量瓶中,加水定容至刻度。此溶液可在-18℃下存放 1 年。

**A. 2. 2. 2. 14 水-乙腈(25%-75%)溶液。**

称取 50mL ± 1 mL 水和 150 mL ± 1 mL 乙腈(A.2.2.2.5)放入玻璃瓶中混合。此溶液可在室温下存放 3 个月。

**A. 2. 2. 2. 15 洗脱液 B: 甲酸铵, 50 mmol/L, pH 4.4。**

在盛有 800mL 水的烧杯中加入 2.3g ± 0.1g (1.89 mL)甲酸(A.2.2.2.4)。用氢氧化铵(A.2.2.2.6)调节 pH 至 4.40 ± 0.05。将溶液移入 1000mL 容量瓶中,加水定容至刻度。此溶液可在室温下存放 1 周。

**A. 2. 2. 2. 16 邻氨基苯甲酸酰胺标记试剂: 邻氨基苯甲酸酰胺[0.35mol/L] - 氰基硼氢化钠 [1.0mol/L] 二甲亚砷-乙酸[30%]溶液。**

根据实验中需要测定的最大样品数量,用移液枪移取相应量的二甲亚砷(A.2.2.2.1)和乙酸(A.2.2.2.9),放入 10 mL 玻璃管中使用涡旋混合器充分混合(参照表 A.1)。按表 A.1 准确称取相应质量的邻氨基苯甲酸酰胺和氰基硼氢化钠,放入玻璃管中,随后加入含有 30%乙酸的二甲亚砷通过使用涡旋混合器混合并使用超声波清洗机直至完全溶解(约 10min)。

**表 A.1 邻氨基苯甲酸酰胺标记试剂样品量**

最大检测数	含 30 % 乙酸的二甲亚砷		邻氨基苯甲酸酰胺(0.35M)和氰基硼氢化钠(1M) 溶于含 30 % 乙酸的二甲亚砷		
	二甲亚砷 (mL)	乙酸 (mL)	含 30 % 乙酸的二 甲亚砷(mL)	邻氨基苯甲酸 酰胺(mg)	氰基硼氢化钠 (mg)
11	2.10	0.90	2.50	118 ± 5	157 ± 5
22	4.20	1.80	5.00	236 ± 10	314 ± 10
35	6.30	2.70	7.50	354 ± 10	471 ± 10
47	7.70	3.30	10.00	708 ± 10	942 ± 10

**A. 2. 2. 3 仪器和设备**

A. 2. 2. 3. 1 高效液相色谱仪配备荧光检测器。

A. 2. 2. 3. 2 带有自锁的 2 mL 离心管。

A. 2. 2. 3. 3 微型管架。

A. 2. 2. 3. 4 离心机。

A. 2. 2. 3. 5 水浴或加热平板。

A. 2. 2. 3. 6 涡旋混合器。

A. 2. 2. 3. 7 移液枪。

A. 2. 2. 3. 8 分析天平: 精度 0.1 mg。

A. 2. 2. 3. 9 超声波清洗机。

**A. 2. 2. 4 色谱参考条件**

A. 2. 2. 4. 1 色谱柱: 酰胺基 80 柱 3 μm; 4.6mm x 150mm, 或其他等效色谱柱。

- A. 2. 2. 4. 2 预分离柱：酰胺基 80 保护柱；3  $\mu\text{m}$ ；3.2mm x 15mm。
- A. 2. 2. 4. 3 柱温 23  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。
- A. 2. 2. 4. 4 进样量：10  $\mu\text{L}$ 。
- A. 2. 2. 4. 5 流动相 A：乙腈(A.2.2.2.5)。
- A. 2. 2. 4. 6 流动相 B：甲酸铵(A.2.2.2.15)。
- A. 2. 2. 4. 7 梯度洗脱：洗脱程序参见表 A.2。

表 A.2 洗脱程序表

时间 (min)	流速 (mL/min)	流动相%		10 位 6 通阀切换位置
		A	B	
0	1.0	98	2	6/10-1(上样)
4.0	1.0	98	2	6/10-1 (上样)
7.5	1.0	98	2	1-2 (分析)
8.0	1.0	84	16	1-2 (分析)
16.0	1.0	84	16	1-2 (分析)
50.0	1.0	61	39	1-2 (分析)
51.0	0.80	20	80	1-2 (分析)
54.0	0.80	20	80	1-2 (分析)
55.0	0.80	90	10	1-2 (分析)
61.0	1.0	90	10	1-2 (分析)

A. 2. 2. 4. 8 激发波长：330nm。

A. 2. 2. 4. 9 发射波长：420nm。

#### A. 2. 2. 5 分析步骤

##### A. 2. 2. 5. 1 样品与溶液的制备

##### A. 2. 2. 5. 1. 1 试验溶液的制备

准确称取 0.250 g  $\pm$  0.050 g 低聚半乳糖放入容量瓶中，加 70 mL  $\pm$  5 mL 水。将容量瓶置于 70  $^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  水浴中 20 min~25 min 并搅拌。将溶液冷却至室温，加水定容至刻度。

##### A. 2. 2. 5. 1. 2 空白试剂

在每个系列的检验中，向 500  $\mu\text{L}$  水中加入标记物，代替试验样品作为空白试剂。

##### A. 2. 2. 5. 1. 3 邻氨基苯甲酸酰胺标记

##### A. 2. 2. 5. 1. 3. 1 添加内标物

用移液枪量取 500  $\mu\text{L}$  试验溶液(A.2.2.5.1.1)或麦芽三糖标准工作液(A.2.2.2.11)至 2 mL 微型管中，随后向每个样品或标准液中加入 200  $\mu\text{L}$  昆布三糖内标标准工作液(A.2.2.2.13)，在漩涡混合器上进行混合。

##### A. 2. 2. 5. 1. 3. 2 邻氨基苯甲酸酰胺试剂的添加

量取 20  $\mu\text{L}$  含有内标物的试验溶液(A.2.2.5.1.3.1)放入 2 mL 微型管中，向每个微型管中加入 200  $\mu\text{L}$  邻氨基苯甲酸酰胺标记试剂(A.2.2.2.16)，在漩涡混合器上进行混合，随后置于 65  $^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$  水浴中反应 2 h  $\pm$  5 min。每隔 20 min，漩涡混合一次。反应 2 h 后，混合试验溶液，并放置于 4  $^{\circ}\text{C}$  环境下至少 10 min。

#### A. 2. 2. 5. 1. 4 样品稀释

在进行邻氨基苯甲酸酰胺标记后，向每个微型管中加入 1.5 mL 水-乙腈(25%-75%)溶液 (A.2.2.2.14)。混合（旋涡混合）后在 10000g 下离心 5min，随后移取 1 mL 上清液至进样瓶中。将进样瓶置于自动进样器中（10℃），进样 10 μL 标准溶液和试验样品。

#### A. 2. 2. 5. 2 仪器稳定性测试

使色谱系统在初始条件下平衡 15 min。确保基线和系统压力在开始检验前保持稳定，在开始试验前，至少进样一次参照样品或标准工作溶液。检查保留时间、分离与前次试验比较。通过检验不同浓度的麦芽三糖-邻氨基苯甲酸酰胺标准溶液的响应系数，检查荧光检测器在整个量程内的线性响应。

#### A. 2. 2. 5. 3 校准

在每一个分析序列中，两次重复测定含有与测试样品相同内标物( $Amt_{IS}$ )的麦芽三糖标准溶液。至少每 8 个测试样品之间需要重新进样标准品，。以( $\frac{Area_{maltotriose}}{Area_{IS}}$ )的平均值为 Y 轴，标准溶液摩尔浓度( $\frac{Conc_{maltotriose}}{Conc_{IS}}$ )为 X 轴，来绘制通过原点的内标法校准曲线。

利用麦芽三糖标准曲线的响应系数，定量每一个确定色谱峰（或色谱峰组）在色谱图中的摩尔浓度。

#### A. 2. 2. 5. 4 鉴定和确认

积分和定性每一个色谱峰（或具有相同分子量的色谱峰组）。通过与参考液相色谱图（附录 B 中图 B.3）进行比较，确定不同色谱峰的分子量。

#### A. 2. 2. 6 结果计算

##### A. 2. 2. 6. 1 低聚糖的摩尔浓度

试样中低聚糖的摩尔浓度 $C_{OS}$ ，数值以 μmol/mL 表示，按式 (A.4) 计算。

$$C_{OS} = \frac{A_{OS_{sple}}}{A_{IS_{sple}}} \times \frac{C_{std}}{Amt_{IS_{std}}} \times \frac{A_{IS_{std}}}{A_{std}} \times Amt_{IS_{sple}} \times \frac{V}{m_{sple}} \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

- $C_{std}$  ——标准溶液中麦芽三糖的浓度，单位：μmol/mL；
- $Amt_{IS_{sple}}$  ——样品测试中加入昆布三糖内标溶液的量；
- $Amt_{IS_{std}}$  ——标准测试中加入昆布三糖内标溶液的量；
- $A_{OS_{sple}}$  ——进样样品中低聚半乳糖的峰面积；
- $A_{std}$  ——标准液中麦芽三糖的峰面积；
- $A_{IS_{sple}}$  ——进样样品中内标的峰面积；
- $A_{IS_{std}}$  ——标准液中内标的峰面积；
- $V$  ——样品的体积，单位 mL；

$m_{sple}$  —— 试验样品的质量，单位 mg。

#### A. 2. 2. 6. 2 低聚半乳糖的质量分数

低聚半乳糖（包括二糖或不包括二糖）的质量分数  $W$ ，以 g/100g 计，按式（A.5）计算。

$$W = \sum(C_{os} \times M) \times 0.0001 \dots \dots \dots (A.5)$$

式中：

$C_{os}$ ——测试样品中低聚糖的摩尔浓度，单位：μmol/g，按式(A.4)计算；

$M$ ——不同分析物的摩尔质量（见附录 B 中 B.3）；

0.0001——μg/g 到 g/100g 的转换系数。

#### A. 2. 2. 7 结果的表达

结果以低聚半乳糖（包括二糖或不包括二糖）的质量分数表示。

如果检验值高于 1.00g/100g，总低聚糖的结果（g/100g）保留 3 位有效数字。

如果检验值低于 1.00g/100g，总低聚糖的结果（g/100g）保留 2 位有效数字。

#### A. 2. 2. 8 精确性

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过 0.65g/100g。

### A. 3 乳糖含量的测定

#### A. 3. 1 高效液相色谱双柱法

##### A. 3. 1. 1 分析步骤

同A.2.1.4。

##### A. 3. 1. 2 定量测定

同A.2.1.6。

##### A. 3. 1. 3 结果计算

试样中乳糖的质量分数  $W_{lac}$ （以干物质计），数值以%表示，按式（A.6）计算。

$$W_{lac} = X_{lac} \times DP_2 \dots \dots \dots (A.6)$$

式中，

$W_{lac}$ —— 试样中乳糖的含量，%；

$X_{lac}$ —— 试样中乳糖在总二糖中的百分含量，%；

$DP_2$ —— 总二糖（低聚半乳糖二糖、乳糖、异乳糖）在总糖中的百分含量，%。

##### A. 3. 1. 4 精密度

在重复性测定条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过其算术平均值的 5%。

#### A. 3. 2 直接计算法

试样中乳糖也可通过直接计算法得到，乳糖含量  $W_{lac}$ （以干物质计），用数值%表示，按式（A.7）计算。

$$W_{lac} = 100 - W_{gos} - W_{glu} - W_{gla} - W_{ash} - W_{pro} \dots \dots \dots (A.7)$$

式中，

$W_{lac}$ —— 试样中乳糖的含量，%；

$W_{gos}$ —— 试样中低聚半乳糖的百分含量，%；

$W_{glu}$ —— 试样中葡萄糖的百分含量，%；

$W_{gos}$ —— 试样中半乳糖的百分含量，%；

$W_{ash}$ —— 试样中灰分的百分含量，%；

$W_{pro}$ —— 试样中蛋白质的百分含量，%。

#### A. 4 葡萄糖和半乳糖含量的测定

##### A. 4. 1 高效液相色谱双柱法

###### A. 4. 1. 1 分析步骤

同A.2.1.4。

###### A. 4. 1. 2 定量测定

同A.2.1.6。

###### A. 4. 1. 3 结果计算

同A.2.1.7。

##### A. 4. 2 高效阴离子交换色谱 - 脉冲安培检测法

###### A. 4. 2. 1 方法提要

用热水提取糖，注入带有脉冲安培检测器的高效阴离子交换色谱（HPAEC-PAD）系统进行分析。糖在强碱性条件下部分电离，然后用阴离子交换色谱聚合柱分离。通过测量糖在金电极表面发生氧化反应所产生的电流，进行计算分析。柱后加碱可以增加检测器灵敏度和线性范围，以及稳定基线。

###### A. 4. 2. 2 试剂和材料

A. 4. 2. 2. 1 氢氧化钠溶液，50mmol/L。

A. 4. 2. 2. 2 50% (w/w) 氢氧化钠溶液。

A. 4. 2. 2. 3 无水乙酸钠，纯度 > 99%。

A. 4. 2. 2. 4 D-(+)-无水葡萄糖，纯度 > 99.5%。

A. 4. 2. 2. 5 D-(+)-半乳糖，纯度 > 99.0%。

A. 4. 2. 2. 6 甲醇。

A. 4. 2. 2. 7 氦气，纯度 > 99.996%。

A. 4. 2. 2. 8 含有指示剂的硅胶。

A. 4. 2. 2. 9 氢氧化钠溶液：0.05 mol/L。

用移液枪量取 10.0 mL 5.0 mol/L 氢氧化钠溶液 (A.4.2.2.1)，至 1000 mL 容量瓶中，加水定容至刻度。用聚乙烯瓶盛装保存于室温下，可稳定保存长达 6 个月。

A. 4. 2. 2. 10 洗脱液 A：氢氧化钠溶液：300 mmol/L。

用 1000 mL 量筒量取 985 mL 去离子水，注入仪器储液罐 A 中，用氦气 (A.4.2.2.7) 脱气 20min。用一次性塑料移液管加入 15.6 mL 50% (w/w) 氢氧化钠溶液 (A.4.2.2.2)，缓慢涡旋混合。用氦气 (A.4.2.2.7) 喷洒 15 min。在室温下用氦气 (A.4.2.2.7) (34.47 kPa~55.16 kPa) 封闭保存。该溶液可保存 4 天。

#### A. 4. 2. 2. 11 洗脱液 B: 去离子水。

量取 2000 mL 去离子水, 注入仪器储液罐 B, 用氦气 (A.4.2.2.7) 脱气 20 min。该洗脱液须在使用当天配制, 用氦气 (A.4.2.2.7) (34.47 kPa~55.16 kPa) 封闭保存。

#### A. 4. 2. 2. 12 洗脱液 C: 氢氧化钠: 150 mmol/L, 乙酸钠: 500 mmol/L。

称取 41.0 g±0.1 g 无水乙酸钠 (A.4.2.2.3), 置于 1000 mL 容量瓶中, 用 800 mL 水溶解并混匀。加水定容至刻度, 经 0.20 μm 尼龙膜滤器过滤至仪器储液罐 C 中。用氦气 (A.4.2.2.7) 脱气 20 min。用一次性塑料移液管加入 7.8 mL 50% (w/w) 氢氧化钠溶液 (A.4.2.2.2)。缓慢涡旋混合, 然后再用氦气 (A.4.2.2.7) 喷洒 15 min。在室温下用氦气 (A.4.2.2.7) (34.47 kPa~55.16 kPa) 封闭保存。该溶液可保存 4 天。

#### A. 4. 2. 2. 13 柱后试剂, 氢氧化钠: 300 mmol/L。

用量筒准确量取 985 mL 水, 注入柱后储液罐中。用一次性塑料移液管加入 15.6 mL 50% (w/w) 氢氧化钠溶液 (A.4.2.2.2), 缓慢涡旋混合。该溶液可在室温下保存 4 周。

#### A. 4. 2. 2. 14 糖标准储备液。

用加塞烧瓶盛装标准溶液, 保存于干燥器中, 置于含有指示剂的硅胶 (A.4.2.2.8) 上方。按表 A.3 所列称取适量糖, 置于 100 mL 容量瓶中。记录质量, 精确至 0.1 mg, 用水定容至刻度。

表 A.3. 标准储备液配制的称量方案

糖类	质量 (mg)	容量瓶 (mL)	浓度 (mg/mL)
葡萄糖	100±5	100	1.0
半乳糖	100±5	100	1.0

#### A. 4. 2. 2. 15 多糖校准标准工作液。

按照表 A.4, 通过稀释标准储备溶液制备校准溶液。

表 A.4 校准溶液制备方案

标准溶液	储备液用量		最终体积 (mL)	校准标准溶液中各糖组份浓度	
	葡萄糖 (μL)	半乳糖 (μL)		葡萄糖 (μg/mL)	半乳糖 (μg/mL)
A	100	50	100	1.50	0.375
B	250	100	100	3.75	0.750
C	500	200	100	7.50	1.50
D	750	400	100	11.25	3.00
E	1000	600	100	15.00	4.50
F	1250	800	100	18.75	6.00

上表中所示浓度为建议值。实际溶液浓度应通过计算并用于校准。将溶液分装保存于 -20℃, 可保存 12 个月。

#### A. 4. 2. 3 仪器和设备

A. 4. 2. 3. 1 无金属离子干扰的惰性离子色谱, 配备脉冲电化学检测器。

A. 4. 2. 3. 2 移液管。

A. 4. 2. 3. 3 真空过滤系统。

- A. 4. 2. 3. 4 尼龙滤膜。
- A. 4. 2. 3. 5 水浴微型管。
- A. 4. 2. 3. 6 微型管。
- A. 4. 2. 3. 7 离心机。
- A. 4. 2. 3. 8 一次性注射器。
- A. 4. 2. 3. 9 分析天平，精度为 0.1 mg。
- A. 4. 2. 3. 10 尼龙注射式过滤器。
- A. 4. 2. 3. 11 进样瓶。
- A. 4. 2. 4 色谱条件
  - A. 4. 2. 4. 1 柱：CarboPac PA20 色谱柱，3×150 mm，6.5 μm，或其他性能相当的柱子。
  - A. 4. 2. 4. 2 柱温：30 ℃±2 ℃。
  - A. 4. 2. 4. 3 进样量：25 μL。
  - A. 4. 2. 4. 4 进样口温度：室温或 10 ℃（如有冷却系统）。
  - A. 4. 2. 4. 5 洗脱液 A：300 mmol/L 氢氧化钠溶液（A.4.2.2.10）。
  - A. 4. 2. 4. 6 洗脱液 B：去离子水（A.4.2.2.11）。
  - A. 4. 2. 4. 7 洗脱液 C：氢氧化钠：150 mmol/L，乙酸钠：500 mmol/L（A.4.2.2.12）。
  - A. 4. 2. 4. 8 洗脱程序：洗脱程序如表 A.5 所示：

表 A.5. 葡萄糖和半乳糖测定的洗脱程序

时间	流速	洗脱液 A	洗脱液 B	洗脱液 C	备注
[min]	[mL/min]	[%]	[%]	[%]	
初始	0.5	2.0	98.0	0.0	
0.0	0.5	2.0	98.0	0.0	开始采集信号
1.0	0.5	2.0	98.0	0.0	
12.0	0.5	5.0	95.0	0.0	
21.0	0.5	22.4	65.6	12.0	
21.1	0.5	0.0	0.0	100.0	开始冲洗
26.0	0.5	0.0	0.0	100.0	
26.1	0.5	100.0	0.0	0.0	
31.0	0.5	100.0	0.0	0.0	停止冲洗
31.1	0.5	2.0	98.0	0.0	开始重新平衡
37.0	0.5	2.0	98.0	0.0	停止重新平衡

- A. 4. 2. 4. 9 柱后添加：300 mmol/L 氢氧化钠（A.4.2.2.13），流速 0.2 mL/min。
- A. 4. 2. 4. 10 检测器波形：采用优化的脉冲电化学条件，如表 A.6 中所示糖的四倍波形。

表 A.6. 脉冲电化学检测器测得糖的四倍波形

时间[s]	电势[V]	积分
0.00	+ 0.1	
0.20	+ 0.1	开始



0.40	+ 0.1	结束
0.41	- 2.0	
0.42	- 2.0	
0.43	+ 0.6	
0.44	- 0.1	
0.50	- 0.1	

A. 4. 2. 4. 11 估计保留时间：葡萄糖 9.6 min；半乳糖 8.6 min。此仅为参考保留时间，实际保留时间会因仪器设定，色谱柱批次等因素而不同。

#### A. 4. 2. 5 分析步骤

##### A. 4. 2. 5. 1 样品和试液制备

###### A. 4. 2. 5. 1. 1 样品准备

称取 1 g~10 g 均质试样 ( $m_S$ )，精确至 0.0001 g，置于 100 mL ( $V_S$ ) 容量瓶中。

###### A. 4. 2. 5. 1. 2 提取

加入 60 mL~70 mL 水，测量 pH。若 pH < 4.0，滴加 50 mmol/L 氢氧化钠溶液 (A.4.2.2.1) 调节 pH 至 6-7。置于 70 °C ± 2 °C 水浴中，持续搅拌下加热 25 min ~ 30 min。冷却至室温，加水至刻度，剧烈振摇。

###### A. 4. 2. 5. 1. 3 试液制备

量取 1.5 mL 溶液 (A.4.2.5.1.2)，转移至 2 mL 微型管中，在 12000 g 离心力作用下，离心 5 min。如有必要，可以将样品进一步稀释，保证样品中糖的浓度落在标准曲线之内。将样品溶液和多糖校准标准工作液 (A.4.2.2.15)，经 0.2 μm 尼龙注射式过滤器过滤至自动进样小瓶中。

##### A. 4. 2. 5. 2 仪器校验

在 A.4.2.4 节所述色谱初始条件下，对色谱系统平衡 1 h。确保系统压力和基线稳定，无泄漏。进样前使标准工作液和样品溶液平衡至自动进样器温度。

开始分析序列，首先注入水（检查基线）进行分析，然后注入多糖校准标准工作液 (A.4.2.2.15)（至少 3 个）。通过检查保留时间和响应的重复性确保系统稳定性。保留时间和峰面积的变异系数分别不得大于 2% 和 3%。如果不符合该要求，则需要延长平衡时间。通过与之前分析结果（色谱图示例见附录 C 中图 C.1）比较检查分离效果。上述初始进样分析的结果不计入数据统计范围内。

##### A. 4. 2. 5. 3 序列设置

在每个分析序列开始和结束时以及每 8 个样品进样分析后，分别注入 25 μL 多糖校准标准工作液 (A.4.2.2.15) 进行分析。这样可以确保必要的额外校准。

##### A. 4. 2. 5. 4 校准

以标准品浓度与峰面积为坐标，绘制标准曲线。通过软件自带的夹层校正 (Bracket calibration，即在测试样品前后分别进样相同的标准品，用前后进样的标准品的平均峰面积校正测试样品) Bracket calibration 定量样品。此定量方式可以弥补保留时间和检测器响应的不同。使用峰面积以及标准曲线反推所得的浓度，计算试验样品溶液中每种糖的浓度。

##### A. 4. 2. 5. 5 定性和确认

###### A. 4. 2. 5. 5. 1 通过保留时间定性

通过与多糖校准标准工作液（A.4.2.2.15）中相应峰的保留时间进行比较，定性试样溶液中每种糖的色谱峰。色谱图见附录 C 中图 C.1。

#### A. 4. 2. 5. 5. 2 样品加标确认

如果峰的定性存在不确定性，应对样品进行加标处理，然后将其色谱图与未加标的样品色谱图进行比较。

#### A. 4. 2. 5. 5. 3 分析时间

至少 20 个样品（二次重复进样），包括一个参考样品。上述样品数量需要 48 h 的分析时间。

#### A. 4. 2. 6 计算

以样品浓度与峰面积为坐标绘制每种糖类的标准曲线，按照线性回归，得到校准曲线公式。曲线公式的参数，按式（A.8）计算。

$$A_{Std} = mx + C \dots\dots\dots (A.8)$$

式中：

$A_{Std}$ ——标准工作液（A.4.2.2.15）峰面积；

$x$  ——糖组份的浓度，单位  $\mu\text{g/mL}$ ；

$C$  ——校准曲线的截距；

$m$  ——校准曲线的斜率。

每种糖的质量分数（ $w$ ），以  $\text{g}/100\text{g}$  样品计，按式（A.9）计算。

$$W = \frac{A_S - C}{m} \times \frac{V_S \times D_S}{10^6} \times \frac{100}{m_s} \dots\dots\dots (A.9)$$

式中：

$A_S$ ——试样溶液中糖的峰面积；

$V_S$  ——试样溶液的体积，单位： $\text{mL}$ ；

$D_S$  ——试样溶液（A.4.2.5.1.3）的稀释因子；

$10^6$  ——从  $\mu\text{g}$  到  $\text{g}$  的换算因子；

100 ——将结果转换成  $\text{g}/100\text{g}$  的换算因子；

$m_s$  ——样品（A.4.2.5.1.1）的质量，单位为  $\text{g}$ ；

$C$  ——校准曲线的截距；

$m$  ——校准曲线的斜率。

#### A. 4. 2. 7 精密度

同一操作员在相同实验室内采用相同设备，在较短时间间隔内对相同实验材料进行的两次独立单一试验测得的结果之间的绝对差值（按  $\frac{|x_1 - x_2|}{\bar{x}} \times 100$ ）不得超过样品平均值的 5%。

## A.5 唾液乳糖的检测

### A.5.1 方法提要

用 70°C 水提取唾液乳糖 (SL)。添加内标物 (葡醛酸基-乳糖-N-四糖) 后, 溶液经氨基固相萃取柱洗脱后, 将 SL (带电的) 与其它不带电的低聚糖 (OS) 分离。然后用荧光剂 (2AB) 标记唾液乳糖。经乙腈稀释后, 采用高效液相色谱对唾液乳糖进行分离, 通过监测其荧光进行检测, 最后通过与采用相同荧光试剂处理且经过内标物校正的外标校准曲线对比进行定量分析。

### A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 水。

A.5.2.2 二甲亚砷, 纯度≥99.7%。

A.5.2.3 2-氨基苯甲酰胺 (邻氨基苯甲酰胺), 纯度≥98%。

A.5.2.4 氰基硼氢化钠, 纯度: 95%。

A.5.2.5 甲酸, 纯度 98~100%。

A.5.2.6 乙酸, 纯度: 100%。

A.5.2.7 氨水, 纯度: 25%。

A.5.2.8 甲醇。

A.5.2.9 乙腈。

A.5.2.10 3'-唾液乳糖钠盐。

A.5.2.11 6'-唾液乳糖钠盐。

A.5.2.12 葡醛酸基-乳糖-N-四糖钠盐。

A.5.2.13 乙酸溶液, 1 m。

向装有 800 mL 去离子水的 1000 mL 容量瓶中加入 57 mL±2 mL 乙酸, 使用去离子水定容至刻度。

A.5.2.14 氨水 (NH<sub>4</sub>OH), 5% (v/v)。

向装有 300 mL 去离子水的 500 mL 容量瓶中加入 100 mL±1 mL 氨水, 然后用去离子水定容至刻度。

A.5.2.15 2AB 标记试剂: 含 0.35m 2AB- 1.0m NaBH<sub>3</sub>CN 30% 乙酸溶液的 DMSO (二甲基亚砷)。

根据试验次数, 按表 A.7 所述吸取适量二甲基亚砷 (DMSO) 和乙酸于 10 mL 试管 (带有螺旋塞) 中。采用涡旋混合器混合溶液。

称取适量邻氨基苯甲酰胺 (2AB) 和氰基硼氢化钠 (NaBH<sub>3</sub>CN) 于另一 10 mL 试管 (带有螺旋塞) 中, 然后加入相应体积的 30% 乙酸-DMSO 溶液。

用涡旋混合器混匀, 用超声波清洗器使其完全溶解 (约 10min)。

表 A.7. 2AB 标记试剂的制备

最多试验次数	30% 乙酸-DMSO 溶液		含 0.35M 2AB - 1 M NaBH <sub>3</sub> CN 的 30% 乙酸溶液的 DMSO 溶液		
	DMSO [mL]	100% 乙酸 [mL]	30% 乙酸 DMSO 溶液 [mL]	2AB [mg]	NaBH <sub>3</sub> CN [mg]

11	2.10	0.90	2.50	118 ± 5	157 ± 5
22	4.20	1.80	5.00	236 ± 10	314 ± 10
35	6.30	2.70	7.50	354 ± 10	471 ± 10
47	7.70	3.30	10.00	472 ± 10	628 ± 10
72	11.20	4.80	15.00	708 ± 10	942 ± 10

A. 5. 2. 16 水-乙腈 25+75 溶液。

向装有 150 mL ± 1 mL 乙腈的玻璃瓶中加入 50 mL ± 1 mL 水，混匀。

A. 5. 2. 17 标准溶液。

A. 5. 2. 17. 1 葡醛酸基-乳糖-N-四糖内标 (IS) 储备液，约 700 µg/mL (游离酸)。

称取 20 mg ± 2 mg 葡醛酸基-乳糖-N-四糖钠盐，精确至 0.1 mg。用去离子水定量转移至 25 mL 容量瓶中，使用相同溶剂定容至刻度。

A. 5. 2. 17. 2 葡醛酸基-乳糖-N-四糖内标 (IS) 工作液，约 140 µg/mL (游离酸)。

吸取 4.0 mL 葡醛酸基-乳糖-N-四糖储备液 (A.5.2.17.1) 至 20 mL 容量瓶中。用去离子水定容至刻度。

A. 5. 2. 17. 3 3'-唾液乳糖储备液，约 1040 µg/mL (游离酸)。

称取 30 mg ± 3 mg 3'-唾液乳糖钠盐，精确至 0.1 mg，用去离子水定量转移至 25 mL 容量瓶中，使用相同溶剂定容至刻度。

A. 5. 2. 17. 4 6'-唾液乳糖储备液，约 660 µg/mL (游离酸)。

称取 18 mg ± 2 mg 6'-唾液乳糖钠盐，精确至 0.1 mg，用去离子水定量转移至 25 mL 容量瓶中，使用相同溶剂定容至刻度。

A. 5. 2. 17. 5 3'-唾液乳糖 / 6'-唾液乳糖标准工作液。

按表 A.8. 所述，量取适量 3'-唾液乳糖储备液 (A.5.2.17.3) 和 6'-唾液乳糖储备液 (A.5.2.17.4) 于 6 个 25 mL 容量瓶中。用 5% (v/v) 氨水 (A.5.2.14) 定容至刻度。

表 A.8. 6 级校准曲线的稀释方案

	容量瓶 [mL]	3'-唾液乳糖 [µL]	6'-唾液乳糖 [µL]	3'-唾液乳糖 (游离酸) 浓度 [µg/mL]	6'-唾液乳糖 (游离酸) 浓度 [µg/mL]
#1	25	50	50	2.1	1.3
#2	25	200	75	8.4	2.0
#3	25	350	100	14.6	2.6
#4	25	500	125	20.9	3.3
#5	25	650	150	27.1	4.0
#6	25	800	175	33.4	4.6

A. 5. 3 仪器和设备

A. 5. 3. 1 高效液相色谱仪配备荧光检测器。

A. 5. 3. 2 分析天平，精度 0.1 mg。

A. 5. 3. 3 水浴。

A. 5. 3. 4 10 mL 试管，带有螺旋塞。

A. 5. 3. 5 固相萃取柱。

- A. 5. 3. 6 固相萃取真空歧管。
- A. 5. 3. 7 涡旋混合器。
- A. 5. 3. 8 超声波清洗机。
- A. 5. 3. 9 带有安全锁或螺旋塞的 2 mL 微型管。
- A. 5. 3. 10 微型管架。
- A. 5. 3. 11 微型离心机。
- A. 5. 3. 12 自动进样瓶。
- A. 5. 3. 13 在线柱前过滤器。
- A. 5. 4 色谱条件
  - A. 5. 4. 1 色谱柱：酰胺基 80 柱；3  $\mu\text{m}$ ；4.6 mm x 150 mm；或其他等效色谱柱。
  - A. 5. 4. 2 捕获柱：酰胺基 80 保护柱；3  $\mu\text{m}$ ；3.2 mm x 15 mm。
  - A. 5. 4. 3 柱温：23  $^{\circ}\text{C} \pm 1 ^{\circ}\text{C}$ 。
  - A. 5. 4. 4 进样量：20  $\mu\text{L}$ 。
  - A. 5. 4. 5 流动相 A：乙腈。
  - A. 5. 4. 6 流动相 B：甲酸铵，50 mmol/L，pH 4.40。
  - A. 5. 4. 7 洗脱程序：洗脱程序见表 A.9。

表 A.9. 洗脱程序表

时间 [min]	流速 [mL/min]	洗脱液 (A) [%]	洗脱液 (B) [%]	10 位 6 通阀切换位置
0	1.0	98.0	2.0	1-10 (上样)
4.0	1.0	98.0	2.0	1-10 (上样)
7.5	1.0	98.0	2.0	1-2 (分析)
8.0	1.0	84.0	16.0	1-2 (分析)
16.0	1.0	84.0	16.0	1-2 (分析)
50.0	1.0	61.0	39.0	1-2 (分析)
51.0	0.7	20.0	80.0	1-2 (分析)
55.0	0.7	20.0	80.0	1-2 (分析)
56.0	0.8	90.0	10.0	1-2 (分析)
62.0	1.0	90.0	10.0	1-10 (上样)
62.1	1.0	98.0	2.0	1-10 (上样)
64.0	1.0	98.0	2.0	1-10 (上样)

- A. 5. 4. 8 激发波长：330 nm。
- A. 5. 4. 9 发射波长：420 nm。
- A. 5. 4. 10 开始流速：1 mL/min。

#### A. 5. 5 分析步骤

##### A. 5. 5. 1 样品及试液的制备

###### A. 5. 5. 1. 1 样品

准确称取 0.5 g $\pm$ 50 mg 均匀的样品 ( $m_s$ ) 至 50 mL ( $V_s$ ) 容量瓶中，精确至 0.0001g。

###### A. 5. 5. 1. 2 提取

加入 35 mL~40 mL 去离子水，在 70.0 °C±1.0 °C 水浴中搅拌 20 min ~25 min。随后冷却至室温，用去离子水稀释至刻度，剧烈振摇。

#### A. 5. 5. 1. 3 空白试样

用 5.50 mL 水代替样品溶液和内标物，其余步骤（包括 SPE）与样品制备完全相同。

#### A. 5. 5. 1. 4 试液制备

##### A. 5. 5. 1. 4. 1 加入内标（IS）

准确量取 5.00 mL 样品溶液或 3'-唾液乳糖/6'-唾液乳糖的标准工作液（A.5.2.17.5）至 10 mL 试管（带有螺旋塞）中。加入 500 µL 葡醛氨基-乳糖-N-四糖内标工作液（A.5.2.17.2）。盖紧后用涡旋混合器充分混匀。

##### A. 5. 5. 1. 4. 2 固相萃取洗脱步骤

a) SPE 活化步骤如下：

- 1) 5 mL 甲醇。
- 2) 5 mL 水。
- 3) 2 x 5 mL 的 1 M 乙酸溶液（A.5.2.13）。
- 4) 4 x 5 mL 水。

b) 将用内标稀释的 5.5 mL 样品溶液注入 SPE 滤筒上部，然后缓慢通过。弃去淋洗液。

c) 用 3 x 5 mL 水冲洗柱子，弃去洗涤液。

d) 用 5 x 1 mL 5%（v/v）氨水（A.5.2.14）缓慢洗脱至干净的 10 mL 试管（带有螺旋塞）中。

##### A. 5. 5. 1. 4. 3 2AB 标记

将 20 µL 净化后的样品溶液或标准工作液转移至 2 mL 微型管中。加入 200 µL 2AB 标记试剂（A.5.2.15）。塞紧试管，用涡旋混合器充分混匀后将试管置于微型管架上。置于 65 °C ± 1 °C 水浴中 2 h ± 5 min。水浴 20 min 后混匀。反应 2 h 后，混匀并置于 4 °C 冰箱中迅速冷却 10 min。

##### A. 5. 5. 1. 4. 4 稀释

冷却后，打开微管并加入 1.5 mL 水-乙腈 25+75 溶液（A.5.2.16）进行稀释。用涡旋混合器充分混匀，在 10000 g 离心力作用下离心 5 min。将 1 mL 上清液转移至进样瓶中。进样前保持进样瓶冷却。

#### A. 5. 5. 2 仪器检查测试

平衡色谱系统并预热荧光检测器。进样前，使标准溶液和样品溶液平衡至自动进样器温度。确保系统压力及基线稳固，无泄漏。

开始分析前，向色谱系统中注入水-乙腈 25+75 溶液（A.5.2.16）（以检查基准线），然后至少两次注入第一个标准溶液。检查保留时间、分离、响应并与先前的分析比较。

#### A. 5. 5. 3 序列设置

水平标准校准曲线分两次进样分析：分析序列开始时进样分析#1-3-5 三个水平的标准工作液，结束前进样分析#2-4-6 三个水平的标准工作液，其间至多进样 20 个样品。以确保等效校准。

#### A. 5. 5. 4 校准与样品分析

以标准物质与内标物的峰面积比（校准曲线进样分析所得）对相应的唾液乳糖浓度（单

位为  $\mu\text{g/mL}$ ) 绘制 3'-唾液乳糖和 6'-唾液乳糖的线性回归曲线。计算各回归曲线的斜率和截距, 按照 A.10 公式, 计算样品溶液中两种唾液乳糖的浓度。

#### A. 5. 5. 5 鉴定与确认

分别配制两种唾液乳糖的单一标准溶液和单一内标溶液, 分别进样分析。在最优色谱条件下, 确定每种化合物的保留时间后, 可安全使用混合标准溶液。

通过与标准溶液所得相应峰的保留时间比较, 鉴定衍生化样品溶液的三个峰(3'-唾液乳糖, 6'-唾液乳糖及内标葡醛酸基-乳糖-N-四糖)。色谱图示例见附录 D 中图 D.1。

#### A. 5. 6 计算

3'-唾液乳糖或 6'-唾液乳糖的质量分数 ( $w$ ), 单位为  $\text{mg}/100\text{g}$  样品, 按式 A.10 计算。

$$W = \frac{(\frac{A_S}{A_{IS}} - I) \times V_S \times 100}{S \times m_S \times 10^3} \dots\dots\dots \text{(A.10)}$$

其中:

- $A_S$  —— 试样溶液 (A.5.5.3.4) 中唾液乳糖的峰面积;
- $A_{IS}$  —— 试样溶液 (A.5.5.3.4) 中内标的峰面积;
- $I$  —— 校准曲线的截距;
- $V_S$  —— 试液 (A.5.5.1.1) 的体积 (通常是 50), 单位为 mL;
- 100 —— 基于 100 g 的转换因子;
- $S$  —— 校准曲线的斜率;
- $m_S$  —— 样品 (A.5.5.1.1) 的质量, 单位为 g;
- $10^3$  —— 从  $\mu\text{g}$  到  $\text{mg}$  的转换因子。

#### A. 5. 7 结果表述

以  $\text{mg}/100\text{g}$  为单位报告 3'-唾液乳糖和 6'-唾液乳糖的结果, 保留一位小数。

#### A. 5. 8 精密度

对于 3'-唾液乳糖, 同一操作员在同一实验室内采用相同设备和方法以同一试验材料在较短时间间隔内所进行的两次独立单一检测结果间的绝对差值 (通过  $|x_1 - x_2|$  计算) 不应大于:

- 1) 3 mg, 对于 3'-唾液乳糖含量  $< 200 \text{ mg}/100\text{g}$  的低聚半乳糖而言;
- 2) 6 mg, 对于 3'-唾液乳糖含量  $> 200 \text{ mg}/100\text{g}$  的低聚半乳糖而言。

对于 6'-唾液乳糖, 同一操作员在同一实验室内采用相同设备和方法以同一试验材料在较短时间间隔内所进行的两次独立单一检测结果间的绝对差值 (通过  $|x_1 - x_2|$  计算) 不应大于 2 mg。

## 附录 B

### 低聚半乳糖高效液相色谱图

#### B.1 双柱法高效液相色谱测定低聚半乳糖的谱图

低聚半乳糖双柱法高效液相色谱图见图 B.1 和 B.2。

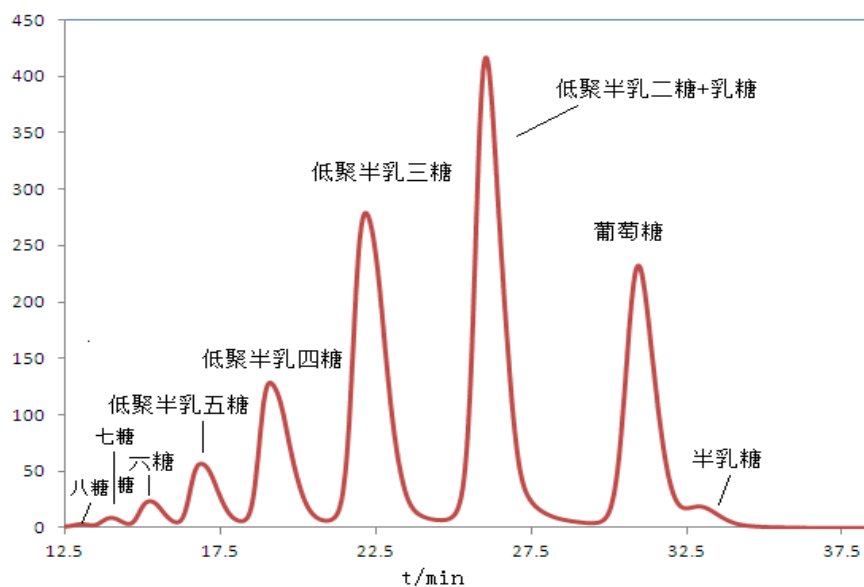


图 B.1 银型阳离子交换柱测定低聚半乳糖的色谱图

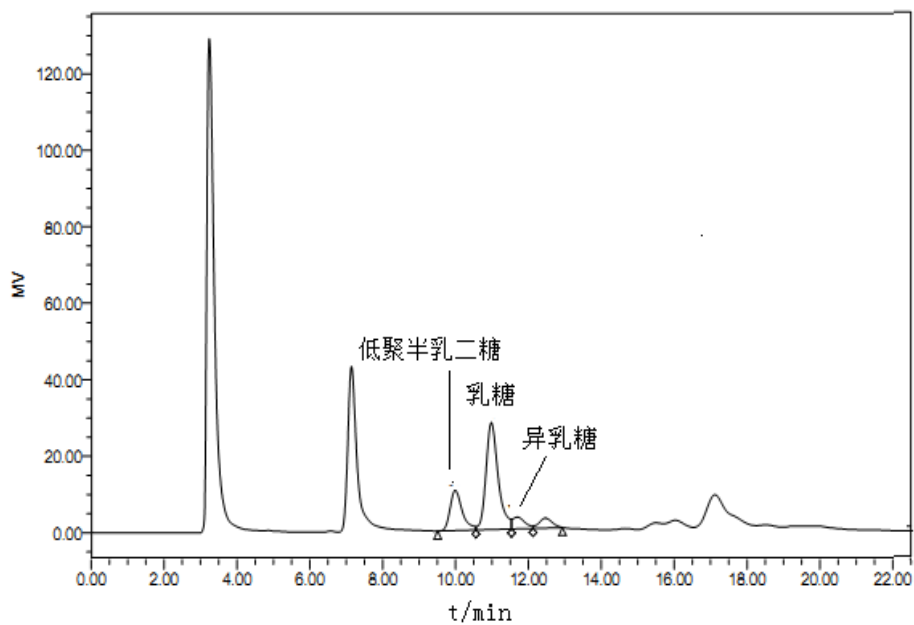


图 B.2 氨基柱测定低聚半乳糖的色谱图



## B.2 高效液相色谱测定低聚半乳糖的谱图

低聚半乳糖的高效液相色谱图见图 B.3。

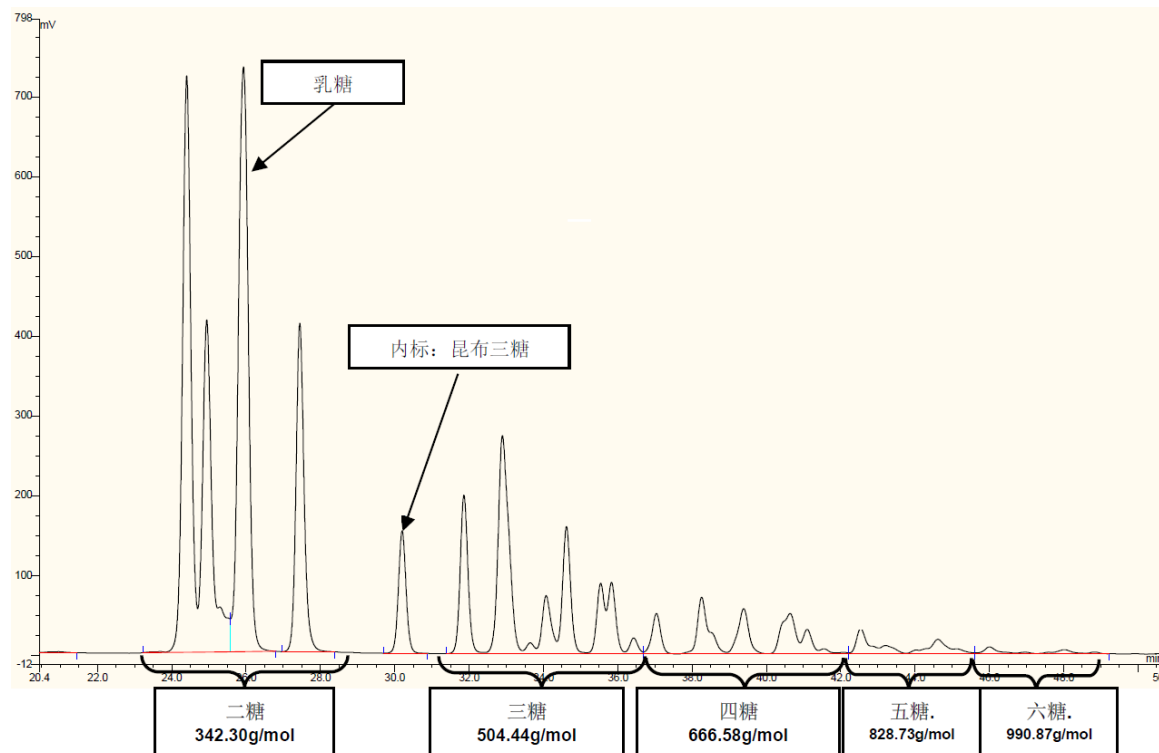


图 B.3 低聚半乳糖的高效液相色谱图

## B.3 定量检验的不同低聚糖的分子量

B.3.1 二糖: 342.30 g/mol

B.3.2 三糖: 504.44 g/mol

B.3.3 四糖: 666.58 g/mol

B.3.4 五糖: 828.73 g/mol

B.3.5 六糖: 990.87 g/mol

## 附录 C

### 葡萄糖和半乳糖的高效液相色谱图

#### C.1 葡萄糖和半乳糖的高效液相色谱图

葡萄糖和半乳糖的高效液相色谱图见图 C.1。

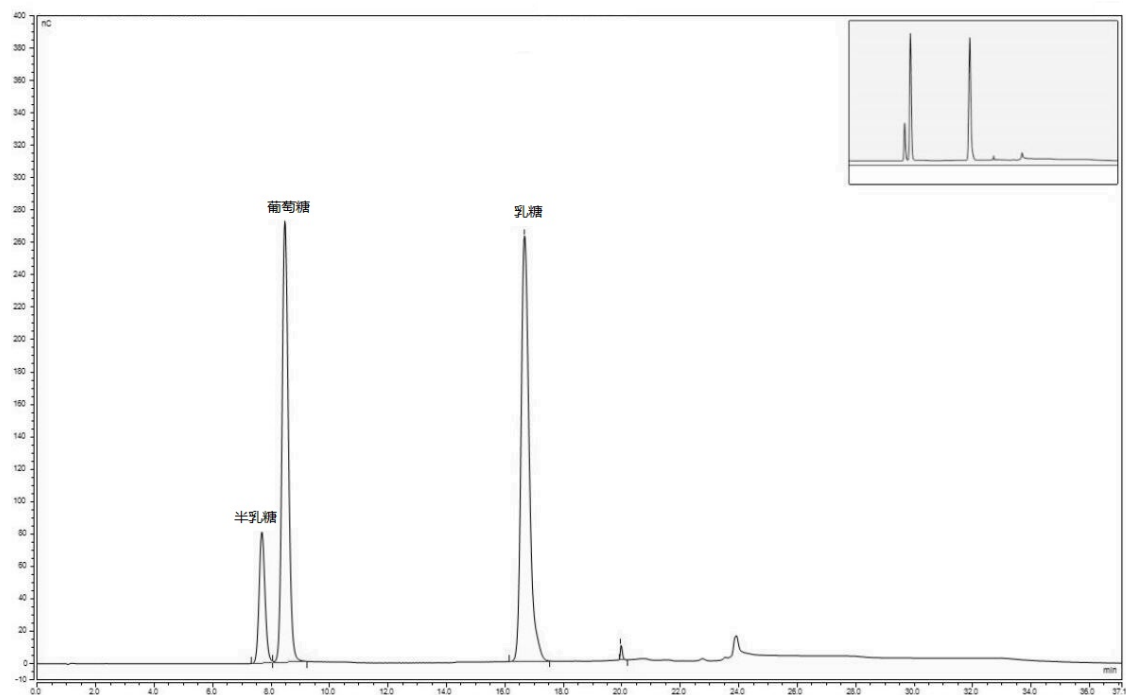


图 C.1 葡萄糖和半乳糖的高效液相色谱图（乳糖仅作为定性参考）

附录 D  
唾液乳糖的高效液相色谱图

D.1 唾液乳糖的高效液相色谱图

唾液乳糖的高效液相色谱图见图 D.1。

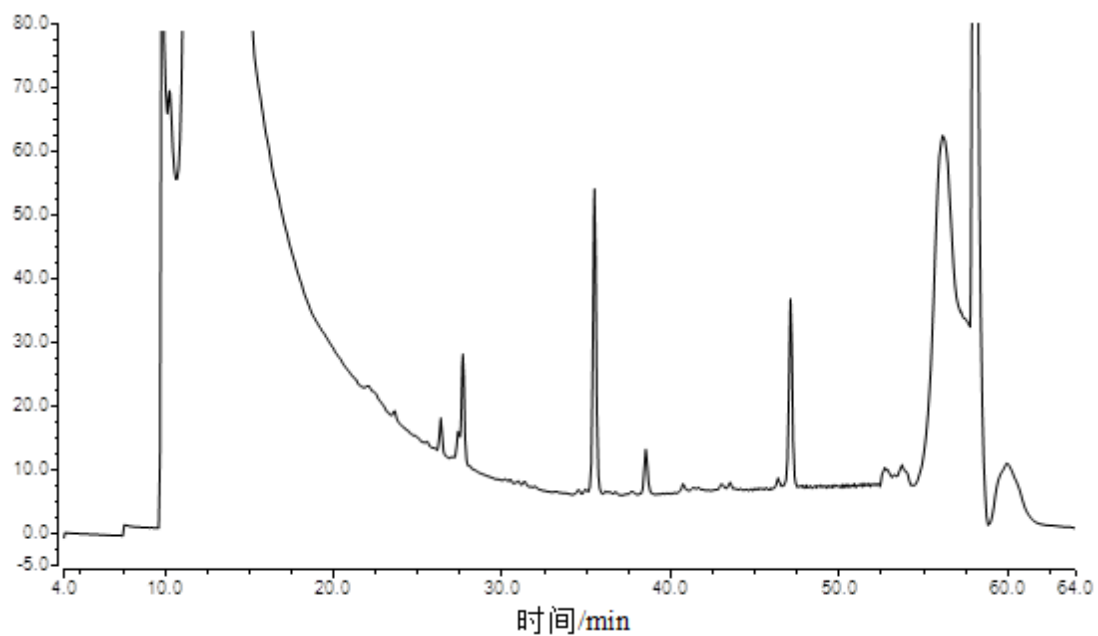


图 D.1 唾液乳糖的高效液相色谱图

## 附件 5

## 环己基氨基磺酸钠（又名甜蜜素）等 6 种 扩大用量和使用范围的食品添加剂

序号	名称	功能	食品分类号	食品名称	最大使用量 (g/kg)	备注
1.	环己基氨基磺酸钠（又名甜蜜素）	甜味剂	06.07	方便米面食品（仅限调味面制品）	1.6	以环己基氨基磺酸计
2.	罗望子多糖胶	增稠剂	12.10.02	半固体复合调味料	7.0	—
			12.10.03	液体复合调味料（不包括 12.03、12.04）	3.0	
3.	迷迭香提取物	抗氧化剂	02.02.01	脂肪含量 80% 以上的乳化制品	0.7	—
			02.03	02.02 类以外的脂肪乳化制品，包括混合的和（或）调味的脂肪乳化制品		
4.	山梨糖醇	水份保持剂	09.04.01	熟干水产品	按生产需要适量使用	—
			09.04.02	经烹调或油炸的水产品		
			09.04.03	熏、烤水产品		
5.	乙二胺四乙酸二钠	抗氧化剂	04.03.02.03	腌渍的食用菌和藻类	0.2	—
6.	乙醚	食品工业用加工助剂（提取溶剂）	-	米糠油加工工艺	残留量≤2 mg/kg	





# 食品安全标准与监测评估司

主站首页 | 首页 | 最新信息 | 政策文件 | 工作动态 | 关于我们 | 图片集锦 | 专题专栏

通知公告

您现在所在位置: 首页 > 最新信息 > 风险评估 > 通知公告

## 关于食品营养强化剂新品种6S-5-甲基四氢叶酸钙以及氮气等8种扩大使用范围的公告 (2017年 第13号)

发布时间: 2017-12-28 来源:



2017年 第13号

hl1201909161608.pdf

根据《食品安全法》规定, 审评机构组织专家对食品营养强化剂新品种6S-5-甲基四氢叶酸钙以及氮气等8种扩大使用范围的公告的安全性评估材料审查并通过。特此公告。

- 附件: 1.食品营养强化剂新品种 6S-5-甲基四氢叶酸钙  
2.氮气等8种扩大使用范围的公告

国家卫生计生委  
2017年12月22日

分享到

委机关

地方部门

直属和联系单位



联系方式 | 网站地图

地址: 北京市西城区西直门外南路1号 邮编: 100044 电话: 010-68792114

中华人民共和国国家卫生健康委员会 版权所有, 不得非法镜像. ICP备案编号: 京ICP备11020874

技术支持: 国家卫生健康委员会统计信息中心



## 附件 1

# 食品营养强化剂新品种 6S-5-甲基四氢叶酸钙

英文名称：6S-5-methyltetrahydrofolate calcium

功能分类：食品营养强化剂

### (一) 用量及使用范围

食品分类号	食品名称	使用量	备注
01.03.02	调制乳粉（儿童用乳粉和孕产妇用乳粉除外）	2000 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~ 5000 $\mu\text{g}/\text{kg}$	以叶酸计
14.06	固体饮料类	600 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~ 6000 $\mu\text{g}/\text{kg}$	

### (二) 质量规格要求

#### 1 范围

本标准适用于以叶酸和氯化钙为原料，经还原、环合、拆分、成盐等工艺制得食品营养强化剂 6S-5-甲基四氢叶酸钙。

#### 2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

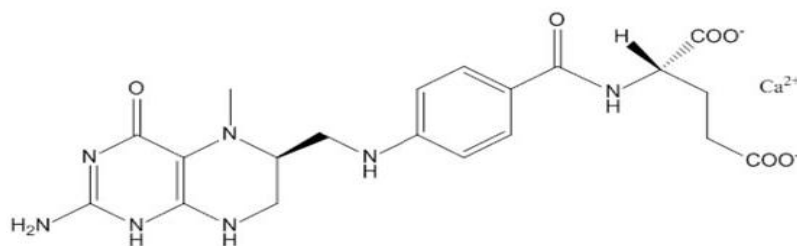
##### 2.1 化学名称

N-[4-[(2-氨基-1,4,5,6,7,8-六氢-4-氧-5-甲基-6-咪唑基)甲基]氨基]苯甲酰-L-谷氨酸钙盐。

##### 2.2 分子式



##### 2.3 结构式



##### 2.4 相对分子质量

497.5（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	白色至淡黄色	取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，观察其色泽和状态、嗅其气味。
状态	结晶粉末，无肉眼可见杂质	
气味	无臭	

### 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	
6S-5-甲基四氢叶酸钙(以干基计), w/%	95.0~102.0	附录 A 中 A.4	
水分, w/%	6.0~17.0	GB 5009.3 第四法	
钙含量(以干基计), w/%	7.0~8.5	GB 5009.92 滴定法	
相关物质	JK12A <sup>a</sup> , w/% ≤	0.1	附录 A 中 A.5
	5-甲基四氢噻吩, w/%	不得检出	
	总杂质, w/% ≤	0.5	
D-5-甲基四氢叶酸(6R-5-甲基四氢叶酸)含量, w/% ≤	0.1	附录 A 中 A.6	
重金属(以 Pb 计) / (mg/kg) ≤	20	GB 5009.74	
砷(As) / (mg/kg) ≤	1.5	GB 5009.11	
铅(Pb) / (mg/kg) ≤	1.0	GB 5009.12	
镉(Cd) / (mg/kg) ≤	0.5	GB 5009.15	
汞(Hg) / (mg/kg) ≤	1.5	GB 5009.17	
氯离子(以 Cl 计), w/% ≤	0.5	附录 A 中 A.7	
溶剂残留(乙醇), w/% ≤	0.5	附录 A 中 A.8	
溶解性	0.5 g 试样, 在 25±2℃ 的 100 mL 水中 2 min 内溶解	附录 A 中 A.9	

<sup>a</sup> 化学名为: N-[4-(2-氨基-10-甲基-4-氧-6,7,8,9-四氢-4a,7-环亚胺嘧啶并[4,5-b][1,4]二氮杂卓-5(4H)-基)苯甲酰]-L-谷氨酸

### 3.3 微生物指标

微生物指标应符合表 3 的规定。

表 3 微生物指标

项目	指标	检验方法
菌落总数/ (CFU/g) ≤	1000	GB 4789.2
大肠菌群/ (MPN/g) ≤	0.92	GB 4789.3
霉菌/ (CFU/g) ≤	25	GB 4789.15
酵母/ (CFU/g) ≤	25	
致病菌(沙门氏菌、志贺氏菌、金黄色葡萄球菌)	不得检出	GB 4789.4、GB 4789.5、GB 4789.10



## 附录 A 检验方法

### A.1 安全提示

本标准试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，按相关操作规定操作，操作时需小心谨慎。若溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。在使用挥发酸时，要在通风厨中进行。

### A.2 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 中规定的三级水。试验中所用标准溶液和其他所需溶液，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

### A.3 鉴别试验

按照 GB/T 6040-2002 红外光谱分析方法通则中 5.3.1 压片法进行，要求与标准品图谱一致。标准图谱见图 B.8。

### A.4 6S-5-甲基四氢叶酸钙含量测定（高效液相色谱法）

#### A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 二水合磷酸二氢钠。

A.4.1.2 碳酸氢钠。

A.4.1.3 碳酸钠。

A.4.1.4 甲醇：色谱级。

A.4.1.5 叶酸标准品。

A.4.1.6 对氨基苯甲酰谷氨酸标准品。

A.4.1.7 DL-5-甲基四氢叶酸钙标准品。

A.4.1.8 氢氧化钠溶液：称取 32 g 氢氧化钠，加水溶解，并定容至 100 mL，摇匀备用。

A.4.1.9 磷酸盐缓冲溶液：称取约 7.80 g 二水合磷酸二氢钠，精确至 0.0001 g，置于 1000 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀备用。

#### A.4.2 仪器和设备

A.4.2.1 电子分析天平。

A.4.2.2 酸度计。

A.4.2.3 高效液相色谱仪：配备紫外检测器。

#### A.4.3 参考色谱条件

A.4.3.1 色谱柱： $C_{18}$ 柱，250 mm×4.6 mm，粒径 5  $\mu$ m；或其他等效的色谱柱。

A.4.3.2 流动相 A：用氢氧化钠溶液调节缓冲盐溶液 pH 至 6.5。

A.4.3.3 流动相 B：按照甲醇溶液：缓冲盐溶液=35：65（V/V）的比例混合，然后用氢氧化钠溶液调节 pH 至 8.0。

A.4.3.4 流速：1.1 mL/min。

A.4.3.5 检测波长：280 nm。

A.4.3.6 进样量：10  $\mu$ L。

A.4.3.7 柱温：32  $^{\circ}$ C。

A.4.3.8 梯度程序：

表 A.1 梯度程序

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0	100	0
14	45	55
17	0	100
24	0	100
24.01	100	0
33	100	0

#### A.4.4 分析步骤

##### A.4.4.1 系统适用性溶液的制备

称取约 25 mg 叶酸标准品, 约 25 mg 对氨基苯甲酰谷氨酸标准品, 约 15 mg 碳酸氢钠, 15 mg 碳酸钠, 精确至 0.0001 g, 置于 100 mL 容量瓶中, 加适量水, 超声溶解, 再加水稀释至刻度, 摇匀。精密量取 1 mL, 置另一个 100 mL 容量瓶中, 此容量瓶需预先加入约 50 mg DL-5-甲基四氢叶酸钙标准品, 精确至 0.0001 g, 加水溶解并稀释至刻度, 摇匀。

##### A.4.4.2 标准溶液的制备

称取约 25 mg DL-5-甲基四氢叶酸钙标准品, 精确至 0.0001 g, 置于 50 mL 容量瓶中, 用近冰点的水溶解并稀释至刻度, 摇匀。平行配制三份。

##### A.4.4.3 试样溶液的制备

称取约 25 mg 试样, 精确至 0.0001 g, 置于 50 mL 容量瓶中, 用近冰点的水溶解并稀释至刻度, 摇匀。平行配制两份。

注: 溶液均需现配现用, 不得长时间存放, 最好 2 min 内完成。

##### A.4.4.4 系统适用性试验

分离度: 对氨基苯甲酰谷氨酸峰与 JK12A 峰的分离度不小于 6; 叶酸峰与 5-甲基四氢叶酸峰的分度不小于 8; 标准溶液配置三份, 每份各进样一针, 三次进样的标准溶液主峰峰面积的相对标准偏差(RSD)应不大于 2%。(对氨基苯甲酰谷氨酸、JK12A、叶酸和 5-甲基四氢叶酸依次出峰, 相对保留时间分别为: 0.29、0.37、0.85、1)。

##### A.4.4.5 测定

在 A.4.3 参考色谱条件下, 按表 A.2 序列进样, 并记录色谱图, 参考图 B.1 6S-5-甲基四氢叶酸钙色谱图, 以保留时间定性, 以峰面积定量。

表 A.2 进样序列

次序	溶液名称	进样针数	进样体积 (μL)	运行时间 (min)
1	空白溶液	1	10	33
2	系统适用性溶液	1	10	33
3	标准溶液 1#	1	10	33
4	标准溶液 2#	1	10	33
5	标准溶液 3#	1	10	33
6	试样溶液 1#	1	10	33
7	试样溶液 2#	1	10	33

#### A.4.5 结果计算

6S-5-甲基四氢叶酸钙（以干基计）的质量分数  $w_1$ ，按式（A.1）计算：

$$w_1 = \frac{A_u \times W_s \times P}{A_s \times W_u \times (1 - w)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

- $A_u$  ——试样中主峰峰面积；
- $W_s$  ——标准品的质量，单位为毫克（mg）；
- $P$  ——标准品的质量分数，g/100 g；
- $A_s$  ——标准品主峰峰面积；
- $W_u$  ——试样的质量，单位为毫克（mg）；
- $w$  ——试样中水分的质量分数，%。

### A.5 相关物质

- A.5.1 试剂和材料、仪器和设备、参考色谱条件及分析步骤同 A.4.1, A.4.2, A.4.3, A.4.4。  
相关物质参考色谱图见图 B.2、B.3、B.4、B.5、B.6。
- A.5.2 已知杂质的相对保留时间及响应因子见表 A.3。

表 A.3 已知杂质的相关信息

已知杂质名称	相对保留时间	响应因子（RF）
JK12A	0.37	1.09
5-甲基四氢噻吩	1.10	0.67

注：未知杂质的响应因子为 1.00，杂质峰小于 0.05% 的色谱峰均忽略不计，视为未检出。

### A.5.3 结果计算

6S-5-甲基四氢叶酸钙中单个杂质(以干基计)的质量分数  $w_2$ ，按式（A.2）计算：

$$w_2 = \frac{A_i \times W_s \times P \times F \times M_1}{A_s \times W_u \times (1 - w) \times M_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

- $A_i$  ——试样中相应各杂质峰面积；
- $W_s$  ——标准品的质量，单位为毫克（mg）；
- $P$  ——标准品的质量分数，g/100 g；
- $F$  ——单个杂质的响应因子；
- $M_1$  ——6S-5-甲基四氢叶酸的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M_1=459.46$ ）；
- $A_s$  ——标准品主峰的峰面积；
- $W_u$  ——试样的质量，单位为毫克（mg）；
- $w$  ——试样中水分的质量分数，%；
- $M_2$  ——6S-5-甲基四氢叶酸钙的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M_2=497.52$ ）。

总杂质的质量分数按式  $w_3$ ，按式（A.3）计算：

$$w_3 = \sum w_2 \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

$w_2$ ——单个杂质的质量分数（%）。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准，按标准要求保留一位有效数字为最终结果。

## A. 6 D-5 甲基四氢叶酸 (6R-5 甲基四氢叶酸) 的测定

### A. 6. 1 试剂和材料

A. 6. 1. 1 二水合磷酸二氢钠。

A. 6. 1. 2 乙腈，色谱级。

A. 6. 1. 3 氢氧化钠溶液：称取氢氧化钠 32 g，用水溶解并稀释至 100 mL。

A. 6. 1. 4 磷酸盐缓冲溶液：称取约 4.54 g 二水合磷酸二氢钠，精确至 0.0001 g，置于 1000 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀备用。

### A. 6. 2 仪器和设备

A. 6. 2. 1 电子分析天平。

A. 6. 2. 2 酸度计。

A. 6. 2. 3 高效液相色谱仪：配备紫外检测器。

### A. 6. 3 参考色谱条件

A. 6. 3. 1 色谱柱：人血清白蛋白手性色谱柱，150 mm×4.6 mm，粒径 5  $\mu\text{m}$ ；或其他等效的色谱柱。

A. 6. 3. 2 流动相：按照缓冲盐溶液：乙腈=97：3（V/V）的比例混合，然后用氢氧化钠溶液调节 pH 至 6.8，过滤，超声脱气。

A. 6. 3. 3 流速：1.0 mL/min。

A. 6. 3. 4 检测波长：280 nm。

A. 6. 3. 5 进样量：10  $\mu\text{L}$ 。

A. 6. 3. 6 柱温：40  $^{\circ}\text{C}$ 。

### A. 6. 4 分析步骤

#### A. 6. 4. 1 标准溶液的制备

称取约 25 mg DL-5-甲基四氢叶酸钙标准品，精确至 0.0001 g，置于 50 mL 容量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀。

#### A. 6. 4. 2 试样溶液的制备

称取约 50 mg 试样，精确至 0.0001 g，置于 100 mL 容量瓶中，加水溶解并稀释至刻度，摇匀。平行配制两份。

#### A. 6. 4. 3 系统适用性溶液的制备

精密量取 1.0 mL 标准溶液，置于 50 mL 容量瓶中，用试样溶液稀释至刻度，摇匀。

#### A. 6. 4. 4 系统适用性试验

6S-5-甲基四氢叶酸峰与 D-5-甲基四氢叶酸峰的分度度不小于 1.5。6S-5-甲基四氢叶酸和 D-5-甲基四氢叶酸的相对保留时间分别是 1 和 1.5。

#### A. 6. 4. 5 测定

按空白（稀释液）1 针、系统适应性溶液 1 针、试样溶液 1 针进样顺序进样，并同时记录色谱图。参考图 B. 7 D-5-甲基四氢叶酸（6R-5-甲基四氢叶酸）的色谱图，以保留时间定性，以峰面积定量。

### A. 6. 5 结果计算

D-5-甲基四氢叶酸（6R-5-甲基四氢叶酸）的质量分数  $w_4$ ，按式（A.4）计算：

$$w_4 = \frac{A_D}{A_T} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中：

$A_D$ ——试样中 D-5-甲基四氢叶酸的峰面积；

$A_T$ ——试样中 6S-5-甲基四氢叶酸的峰面积和 D-5 甲基四氢叶酸的峰面积之和。

## A.7 氯离子（以 Cl 计）的测定

### A.7.1 试剂和材料

A.7.1.1 硝酸。

A.7.1.2 硝酸银标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3) = 0.005 \text{ mol/L}$ 。

### A.7.2 仪器和设备

A.7.2.1 电位滴定仪。

A.7.2.2 滴定管。

### A.7.3 分析步骤

称取约 0.3 g 试样，精确至 0.0001 g，置于 200 mL 烧杯中，加 75 mL 水。将烧杯置于蒸汽浴中加热。加 1 mL 硝酸，置于电位滴定仪的磁力搅拌器上，用滴定管滴加硝酸银标准滴定溶液至电位终点。

### A.7.4 结果计算

氯离子的质量分数  $w_5$ ，按式（A.5）计算：

$$w_5 = \frac{c \times V \times M}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.5)$$

式中：

$c$ ——硝酸银标准溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

$V$ ——硝酸银标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$M$ ——氯的毫摩尔质量，单位为克每毫摩尔（g/mmol）（ $M=0.03545$ ）；

$m$ ——试样的质量，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后一位。取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

## A.8 残留溶剂（乙醇）的测定

### A.8.1 试剂和材料

A.8.1.1 水，GB/T6682 中规定的一级水。

A.8.1.2 乙醇标准品。

### A.8.2 仪器和设备

气相色谱仪：配备氢火焰离子化检测器（FID）和顶空进样器。

### A.8.3 参考色谱条件

A.8.3.1 色谱柱：固定液为 5% 苯基-95% 甲基聚硅氧烷的石英毛细管柱，30 m×0.32 mm，膜厚 0.25 μm；或其他等效的色谱柱。

A.8.3.2 载气：氮气。

- A. 8. 3. 3 载气流量：1.3 mL/min。
- A. 8. 3. 4 柱温：40 °C 保持 4 min，以 15 °C/min 的速率升温至 200 °C，保持 5 min。
- A. 8. 3. 5 汽化温度：180 °C。
- A. 8. 3. 6 检测器温度：250 °C。
- A. 8. 3. 7 进样量：0.25 μL。
- A. 8. 3. 8 分流比：20 : 1。

**A. 8. 4 参考顶空进样条件**

- A. 8. 4. 1 顶空瓶平衡温度：80 °C。
- A. 8. 4. 2 定量环温度：95 °C。
- A. 8. 4. 3 传输线温度：105 °C。
- A. 8. 4. 4 试样加热时间：30 min。

**A. 8. 5 分析步骤**

**A. 8. 5. 1 标准溶液的制备**

称取约 1 g 乙醇标准品，精确至 0.0001 g，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。精密量取 10 mL 上述溶液，置于 100 mL 容量瓶中，加水定容，混匀。精密量取 5 mL 上述溶液，置于顶空瓶中，作为标准溶液。

**A. 8. 5. 2 试样溶液的制备**

称取约 1 g 试样，精确至 0.0001 g，置于顶空瓶中，精密量取 5 mL 水，混匀。作为试样溶液。平行配制两份。

**A. 8. 5. 3 测定**

取标准溶液和试样溶液，分别进样。

**A. 8. 5 结果计算**

残留溶剂（乙醇）的质量分数为  $w_6$ ，按式（A.6）计算：

$$w_6 = \frac{C_S \times A_T}{C_T \times A_S} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.6)$$

式中：

$C_S$ ——标准溶液中乙醇的浓度，单位为克每毫升（g/mL）；

$A_T$ ——试样中乙醇色谱峰的峰面积；

$C_T$ ——试样中 6S-5-甲基四氢叶酸钙的浓度，单位为克每毫升（g/mL）；

$A_S$ ——标准溶液中乙醇色谱峰的峰面积。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

**A. 9 溶解性的测定**

**A. 9. 1 仪器和设备**

- A. 9. 1. 1 250 mL 具塞锥形瓶。
- A. 9. 1. 2 电子分析天平。

**A. 9. 2 分析步骤**

称取约 0.5 g 试样，精确至 0.0001 g，置于 250 mL 具塞锥形瓶中，加入 100 mL 25 °C ± 2 °C 的水，震荡 2 min 内溶解澄清。

附录 B

6S-5-甲基四氢叶酸钙、相关物质、D-5-甲基四氢叶酸（6R-5-甲基四氢叶酸）参考色谱图和  
6S-5-甲基四氢叶酸钙红外光谱图

B.1 6S-5-甲基四氢叶酸钙参考色谱图

6S-5-甲基四氢叶酸钙参考色谱图见图B.1。

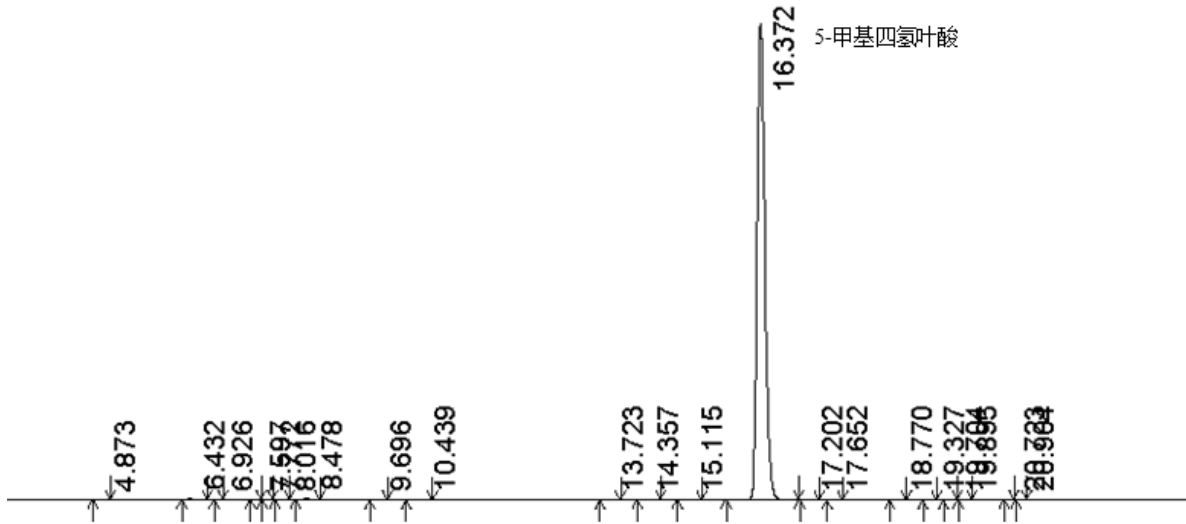


图 B.1 6S-5-甲基四氢叶酸钙参考色谱图

B.2 相关物质的参考色谱图

JK12A 参考色谱图见图 B.2。

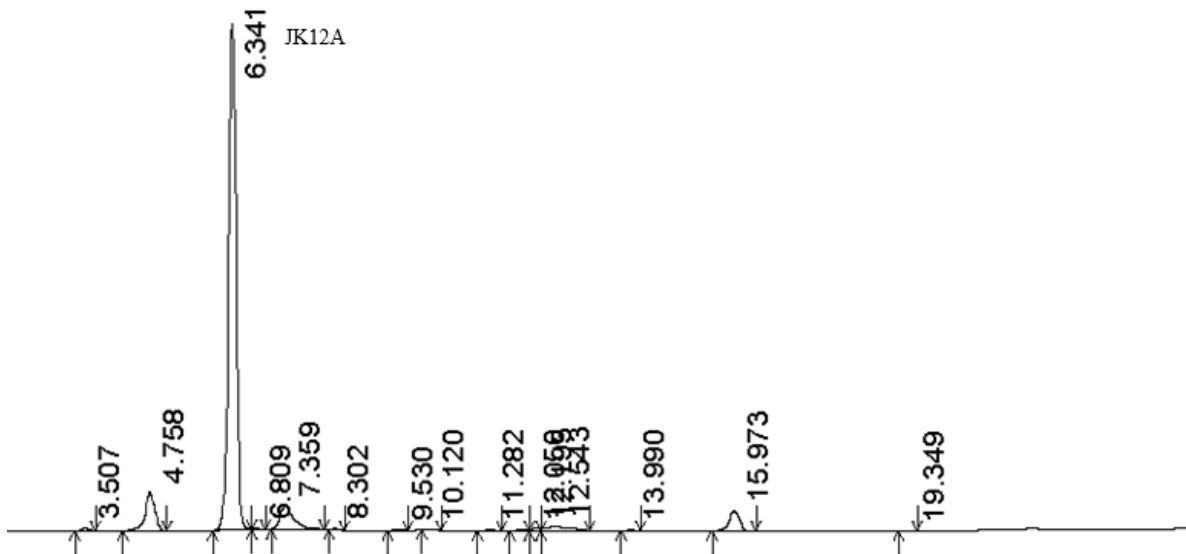


图 B.2 JK12A 参考色谱图

5-甲基四氢蝶酸参考色谱图见图 B.3。

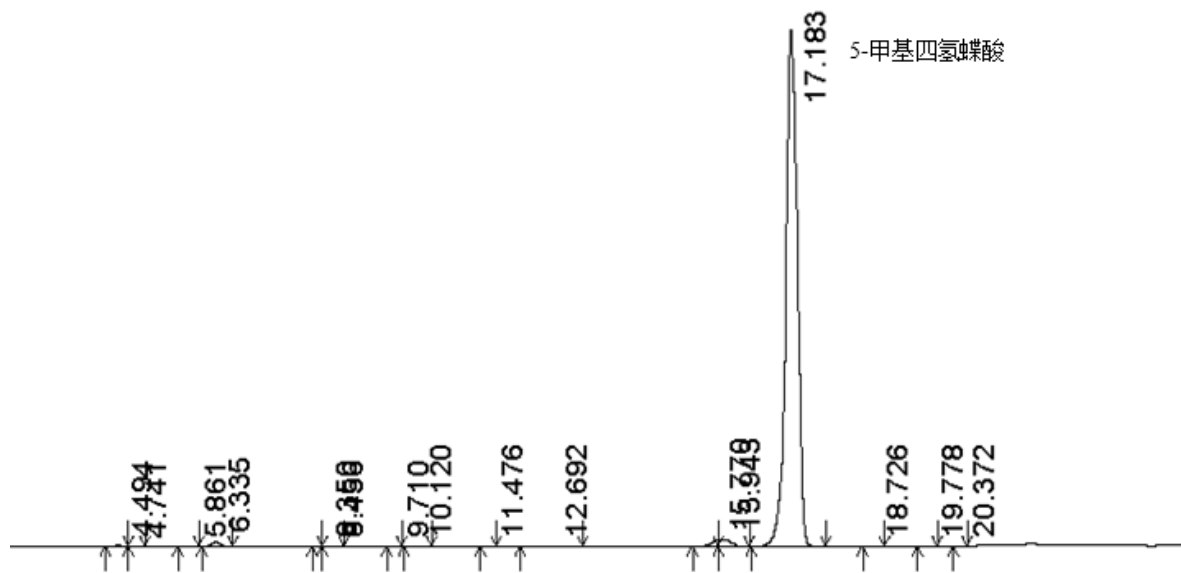


图 B.3 5-甲基四氢蝶酸参考色谱图

叶酸参考色谱图见图 B.4。

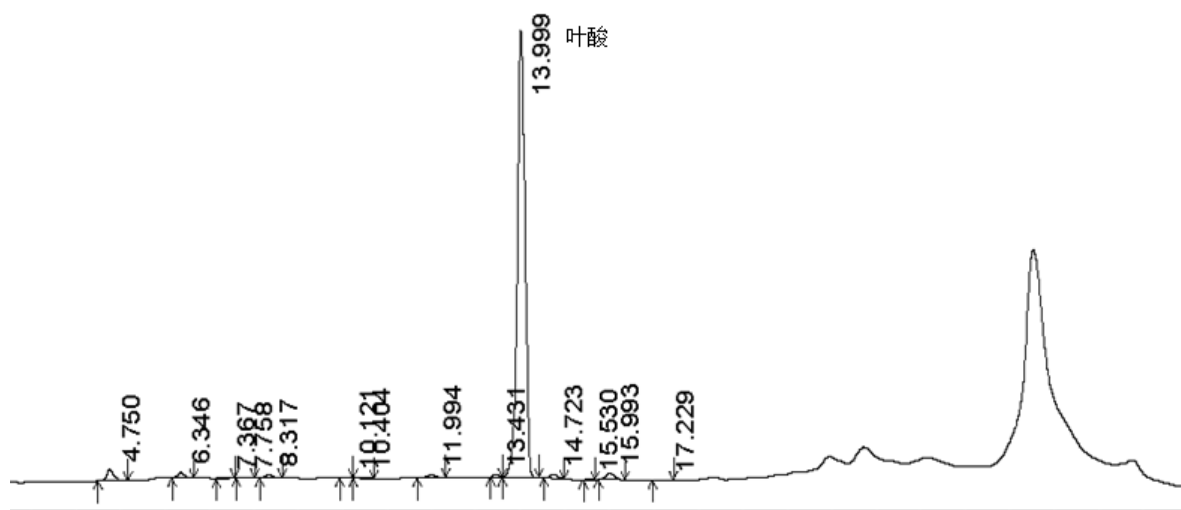


图 B.4 叶酸参考色谱图



对氨基苯甲酰谷氨酸参考色谱图见图 B.5。

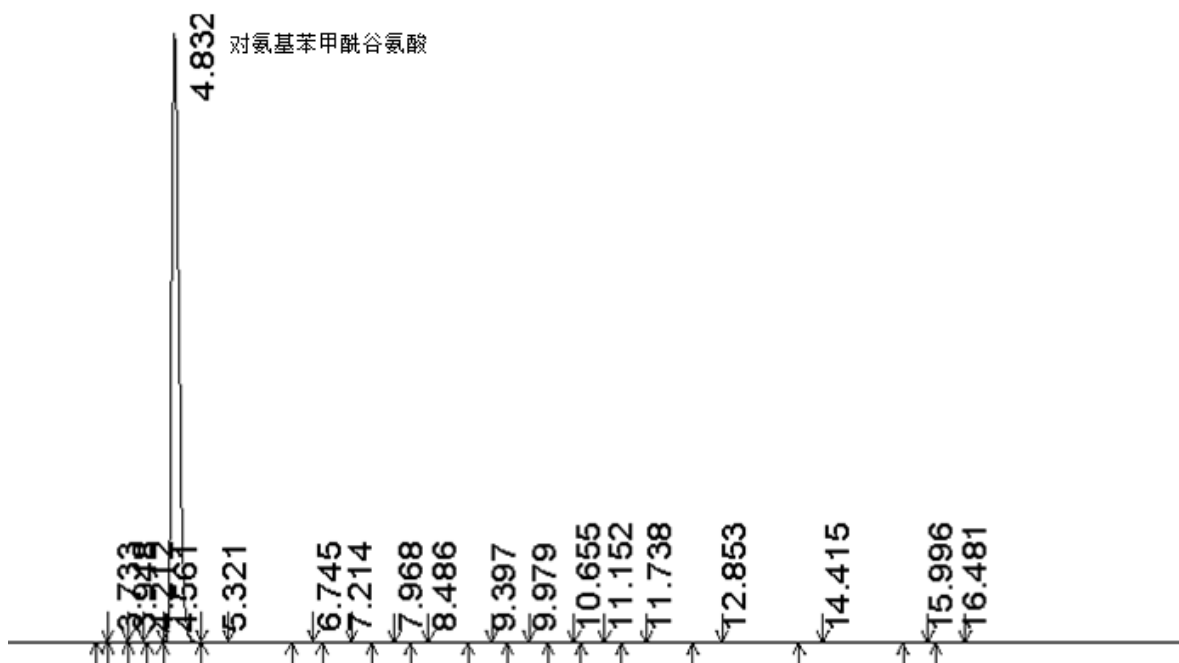


图 B.5 对氨基苯甲酰谷氨酸参考色谱图

DL-5-甲基四氢叶酸钙参考色谱图见图 B.6。

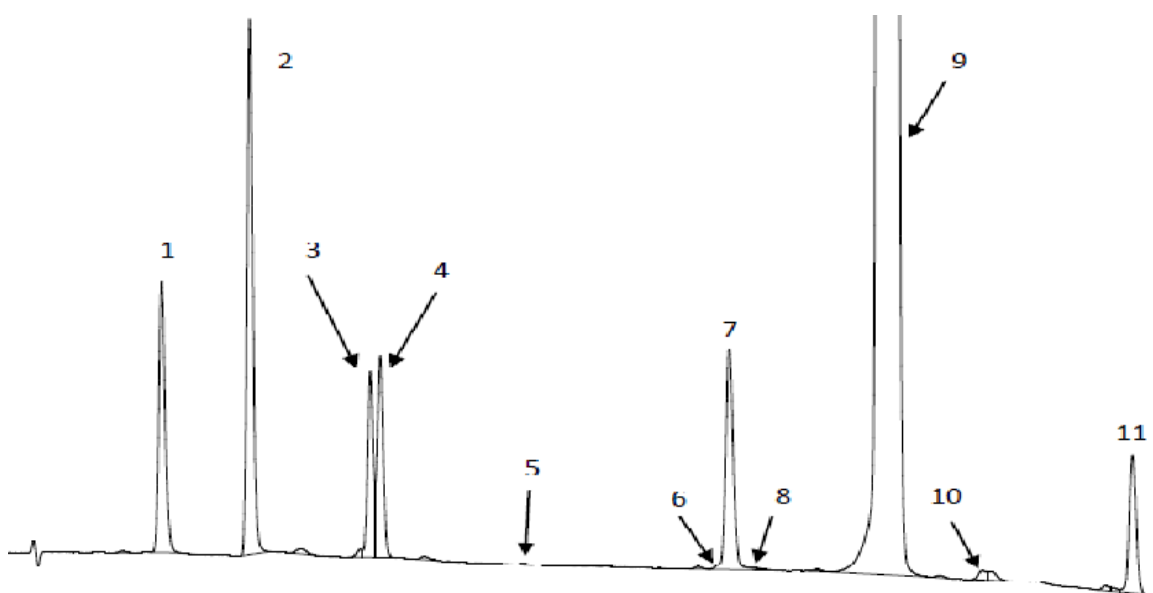


图 B.6 DL-5-甲基四氢叶酸钙参考色谱图

- 1: 对氨基苯甲酰谷氨酸;
- 2: JK12A;
- 3: D-吡嗪-s-三嗪衍生物;
- 4: L-吡嗪-s-三嗪衍生物;
- 5: 四氢叶酸;
- 6: 7, 8-二氢叶酸;
- 7: 叶酸;
- 8: 5, 10-亚甲基四氢叶酸;
- 9: 5-甲基四氢叶酸;
- 10: 5-甲基四氢蝶酸;
- 11: N<sub>2</sub>-甲氨基四氢叶酸。

### B.3 D-5-甲基四氢叶酸(6R-5-甲基四氢叶酸)参考色谱图

D-5-甲基四氢叶酸(6R-5-甲基四氢叶酸)参考色谱图见图 B.7。

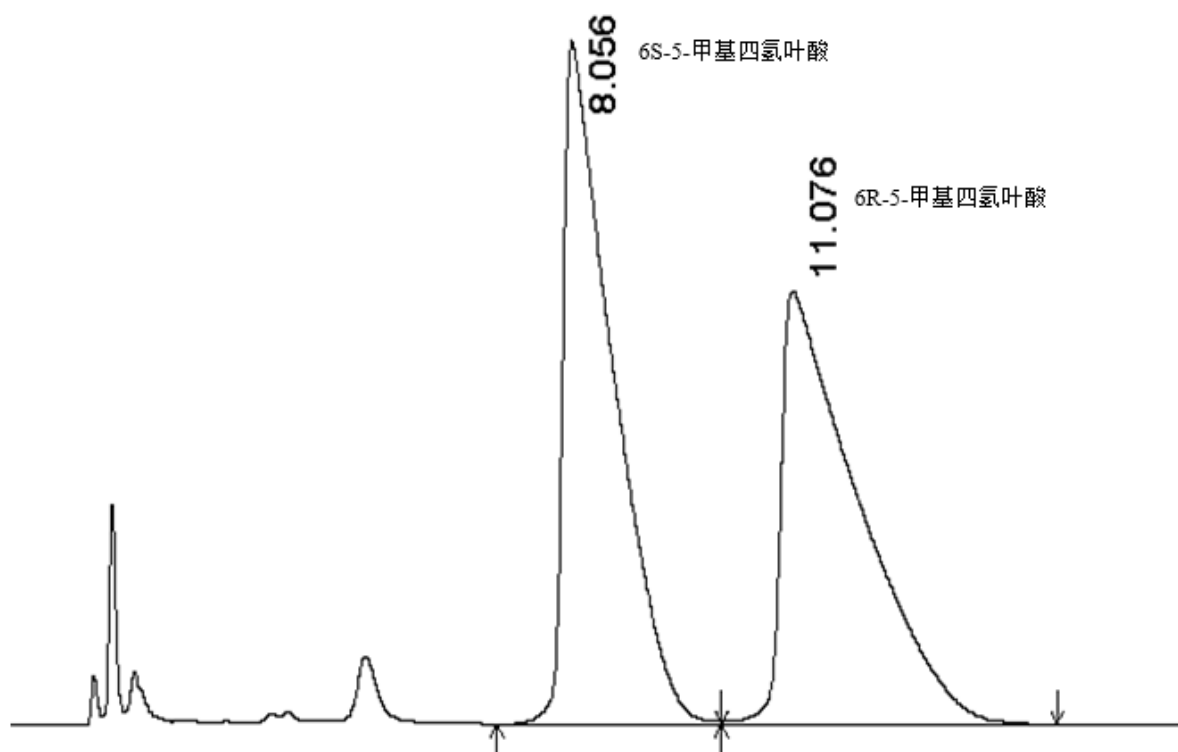


图 B.7 D-5-甲基四氢叶酸(6R-5-甲基四氢叶酸)参考色谱图

#### B.4 6S-5-甲基四氢叶酸钙红外光谱图

6S-5-甲基四氢叶酸钙红外光谱图见图 B.8。

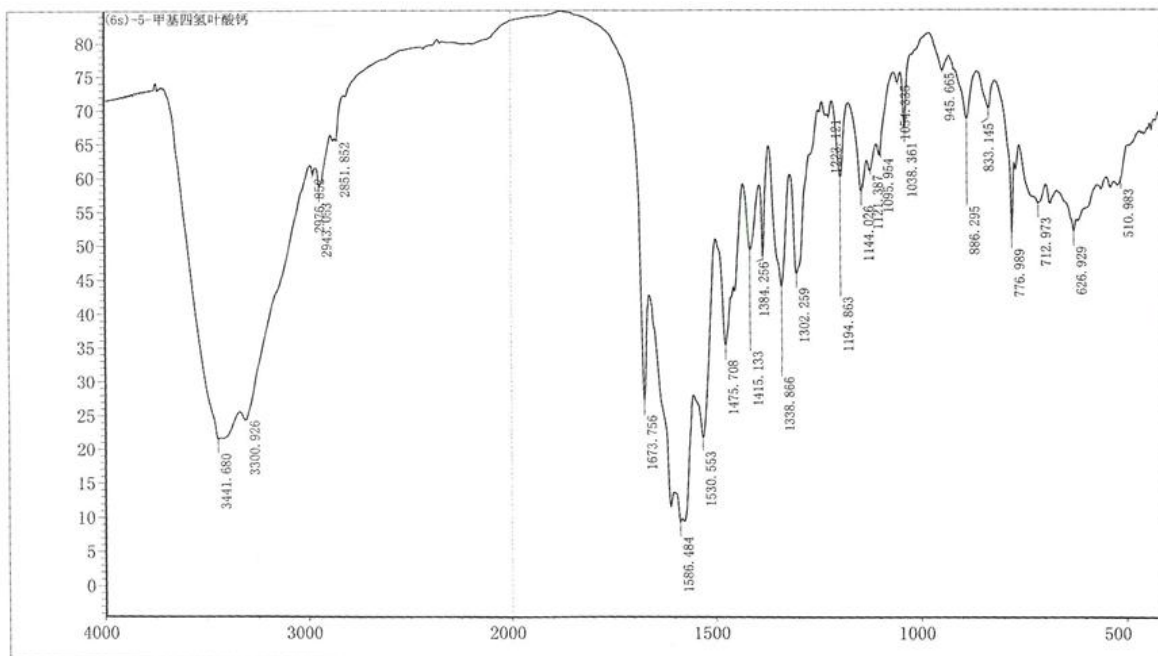


图 B.8 6S-5-甲基四氢叶酸钙红外光谱图

## 附件2

# 氮气等 8 种扩大使用范围的食品添加剂

序号	名称	功能	食品分类号	食品名称	最大使用量 (g/kg)	备注
1.	氮气	其他	01.02.02	风味发酵乳	按生产需要适 量使用	—
			14.03	蛋白饮料		
			14.05	茶、咖啡、植物(类) 饮料		
2.	红曲黄色素	着色剂	06.07	方便米面制品	按生产需要适 量使用	—
3.	抗坏血酸	抗氧化剂	02.01	基本不含水的脂肪 和油	按生产需要适 量使用	—
4.	可溶性大豆 多糖	增稠剂	01.02.02	风味发酵乳	6.0	—
5.	甜菊糖苷	甜味剂	01.01.03	调制乳	0.18	以甜菊醇当量 计
			04.01.02.04	水果罐头	0.27	
			04.01.02.05	果酱	0.22	
			06.04.02.01	杂粮罐头	0.17	
			06.06	即食谷物，包括碾 轧燕麦(片)	0.17	
			11.05	调味糖浆	0.91	
			15.02	配制酒	0.21	
6.	胭脂虫红	着色剂	16.03	胶原蛋白肠衣	按生产需要适 量使用	以胭脂红酸计
7.	胭脂树橙	着色剂	16.03	胶原蛋白肠衣	按生产需要适 量使用	—
8.	石蜡	食品工业 用加工助 剂(脱毛 剂)	—	畜禽脱毛处理工艺	按生产需要适 量使用	—



## 附件 1

# 食品用香料新品种 (±)-1-环己基乙醇

英文名称: (+/-)-1-Cyclohexylethanol

功能分类: 食品用香料

### (一) 用量及使用范围

配制成食品用香精用于各类食品 (GB2760-2014 表 B.1 食品类别除外), 用量为按生产需要适量使用。

### (二) 质量规格要求

#### 1 范围

本质量规格要求适用于由 3-环己烯基甲基酮为原料经化学反应制得的食物添加剂(±)-1-环己基乙醇。

#### 2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

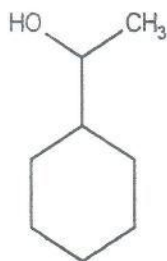
##### 2.1 化学名称

α-甲基-环己基甲醇

##### 2.2 分子式

$C_8H_{16}O$

##### 2.3 结构式



##### 2.4 相对分子质量

128.21 (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	无色	将试样置于比色管内,用目测法观察。
状态	液体	

香气	清新的气息	GB/T 14454.2
----	-------	--------------

### 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
(±)-1-环己基乙醇含量, w/% $\geq$	95.0	附录 A
折光指数(20 °C)	1.465~1.468	GB/T 14454.4
相对密度(20 °C/20 °C)	0.923~0.928	GB/T 11540

## 附录 A

### 食品添加剂(±)-1-环己基乙醇含量的测定

#### A.1 仪器和设备

A.1.1 色谱仪：按GB/T 11538—2006中第5章的规定。

A.1.2 柱：毛细管柱。

A.1.3 检测器：氢火焰离子化检测器。

#### A.2 测定方法

面积归一化法：按 GB/T 11538—2006 中 10.4 测定含量。

#### A.3 重复性及结果表示

按 GB/T 11538—2006 中 11.4 规定进行，应符合要求。

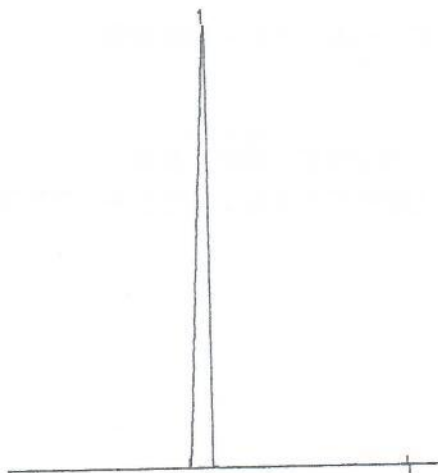
食品添加剂(±)-1-环己基乙醇气相色谱图及操作条件参见附录 B。



附录 B  
食品添加剂(±)-1-环己基乙醇气相色谱图及操作条件  
(面积归一化法)

B.1 食品添加剂(±)-1-环己基乙醇气相色谱图

食品添加剂(±)-1-环己基乙醇气相色谱图见图B.1。



说明:

1—(±)-1-环己基乙醇

图 B.1 食品添加剂(±)-1-环己基乙醇气相色谱图

B.2 操作条件

B.2.1 柱: 毛细管柱, 长50 m, 内径0.32 mm。

B.2.2 固定相: 甲基硅。

B.2.3 膜厚: 0.5  $\mu\text{m}$ 。

B.2.4 色谱炉温度: 75  $^{\circ}\text{C}$ 恒温4 min, 然后线性程序升温从75  $^{\circ}\text{C}$ 至220  $^{\circ}\text{C}$ , 速率2 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , 最后在220  $^{\circ}\text{C}$ 恒温8 min。

B.2.5 进样口温度: 250  $^{\circ}\text{C}$ 。

B.2.6 检测器温度: 250  $^{\circ}\text{C}$ 。

B.2.7 检测器: 氢火焰离子化检测器。

B.2.8 载气: 氮气。

B.2.9 柱前压: 0.06 MPa。

B.2.10 进样量: 0.1  $\mu\text{L}$ 。

B.2.11 分流比: 75:1。

## 附件 2

### 壳聚糖酶等 2 种食品工业用酶制剂新品种

序号	酶	来源	供体
1.	壳聚糖酶 Chitosanase	枯草芽孢杆菌 <i>Bacillus subtilis</i>	—
2.	脂肪酶 Lipase	卷枝毛霉 <i>Mucor circinelloides</i> (又名: 爪哇毛霉 <i>Mucor javanicus</i> )	—

壳聚糖酶和脂肪酶的质量规格要求应符合《食品安全国家标准 食品添加剂 食品工业用酶制剂》(GB1886.174-2016) 的规定。

## 附件 3

# 营养强化剂新品种 柠檬酸亚铁钠

英文名称: Sodium Ferrous Citrate

功能分类: 营养强化剂

### (一) 用量及使用范围

食品分类号	食品名称	使用量	备注
01.01.03	调制乳	10 mg/kg ~ 20 mg/kg	以铁计
01.03.02	调制乳粉 (儿童用乳粉和孕产妇用乳粉除外)	60 mg/kg ~ 200 mg/kg	
	调制乳粉 (仅限儿童用乳粉)	25 mg/kg ~ 135 mg/kg	
	调制乳粉 (仅限孕产妇用乳粉)	50 mg/kg ~ 280 mg/kg	
05.02.02	除胶基糖果以外的其他糖果	600 mg/kg ~ 1200 mg/kg	
06.06	即食谷物, 包括碾轧燕麦 (片)	35 mg/kg ~ 80 mg/kg	
14.0	饮料类 (14.01 及 14.06 涉及品种除外)	10 mg/kg ~ 20 mg/kg	
16.01	果冻	10 mg/kg ~ 20 mg/kg	

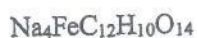
### (二) 质量规格要求

#### 1 范围

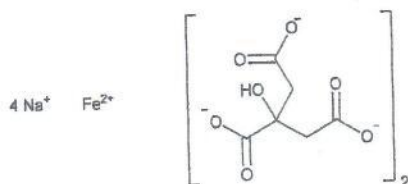
本质量规格要求适用于以柠檬酸三钠、硫酸亚铁和水为原料, 经加工制得的食品营养强化剂柠檬酸亚铁钠。

#### 2 分子式、结构式和相对分子质量

##### 2.1 分子式



##### 2.2 结构式



##### 2.3 相对分子质量

526.01 (按 2005 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
色泽和气味	绿白至黄绿色，无臭，具有微弱的铁味	取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，观察其色泽和状态、嗅其气味。
状态	粉末	

### 3.2 理化指标

理化指标应符合表 2 的要求。

表 2 理化指标

项 目	指 标	检验方法
铁含量 (Fe), w/%	10.0~11.0	附录 A 中 A.3
砷 (As)/(mg/kg) ≤	4.0	GB 5009.11
铅 (Pb)/(mg/kg) ≤	1.0	GB 5009.12
硫酸盐 (以SO <sub>4</sub> 计), w/% ≤	0.48	附录 A 中 A.4
三价铁盐	通过试验	附录 A 中 A.5
酒石酸盐	通过试验	附录 A 中 A.6

## 附录 A

### 检验方法

#### A.1 一般规定

除另有规定外,所用试剂的纯度应在分析纯以上,所有标准滴定溶液、制剂及制品,均按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备,试验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规定。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配置时,均指水溶液。

#### A.2 鉴别试验

##### A.2.1 试剂和材料

A.2.1.1 氨水。

A.2.1.2 盐酸溶液: 1→4。

A.2.1.3 铁氰化钾溶液: 100 g/L。

A.2.1.4 氢氧化钾溶液: 150 g/L。

A.2.1.5 氢氧化钾溶液: 40 g/L。

A.2.1.6 醋酸溶液: 1→2。

A.2.1.7 氯化钙溶液: 75 g/L。

A.2.1.8 氢氧化钠溶液: 40 g/L。

A.2.1.9 试样溶液: 10 g/L。

A.2.1.10 焦锑酸二氢钾。

##### A.2.2 鉴别方法

###### A.2.2.1 亚铁的鉴别

取5 mL 试样溶液,加1 mL 盐酸溶液和0.5 mL 新配制的铁氰化钾溶液后,溶液呈蓝色。

###### A.2.2.2 络盐的鉴别

取5 mL 试样溶液,加2 mL 氨水,液体呈红褐色,但不生成沉淀。

###### A.2.2.3 钠的鉴别

A.2.2.3.1 取铂丝,用盐酸湿润后,蘸取试样,在无色火焰中燃烧,火焰呈黄色。

A.2.2.3.2 称取2 g 焦锑酸二氢钾,加100 mL 水溶解,煮沸5 min,迅速冷却,加10 mL 氢氧化钾溶液(A.2.1.4),静止24 h,过滤,得到焦锑酸二氢钾溶液。称取3 g 试样,500 °C~600 °C 灼烧3 h,获得的残留物,配置成50 g/L 中性试样溶液,在中性试样溶液中加入焦锑酸二氢钾溶液后形成白色结晶沉淀(用玻璃棒摩擦容器内壁会加速沉淀的形成)。

###### A.2.2.4 柠檬酸的鉴别

称取0.5 g 试样,加5 mL 水和10 mL 氢氧化钾溶液(A.2.1.5),水浴中加热10 min,加热期间充分搅混,冷却后过滤。用醋酸溶液中和一部分滤液,加入过量的氯化钙溶液,煮沸,形成白色结晶沉淀。此沉淀不溶于氢氧化钠溶液,但溶于盐酸溶液。

#### A.3 铁含量(Fe)的测定

##### A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 硝酸。

A.3.1.2 硫酸溶液: 1→20。

A.3.1.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液:  $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。



A. 3. 1. 4 淀粉指示液：称取1 g 淀粉加入10 mL 冷水，磨混，将200 mL 热水边搅拌边倒入，将溶液煮沸至半透明，冷却静置后，取上清液。

A. 3. 1. 5 碘化钾。

#### A. 3. 2 分析步骤

称取1 g 试样，精确至0.1 mg，置于250 mL 碘量瓶中，加25 mL 硫酸溶液和2 mL 硝酸，煮沸10 min，冷却至室温，加20 mL 水和4 g 碘化钾，立即盖上瓶塞，水封，在暗处放置15 min，加100 mL 水，加1 mL 淀粉指示液，溶液呈红紫色至蓝紫色，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至颜色消失。同时进行空白试验。1 mL 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液 = 5.585 mg Fe。

### A. 4 硫酸盐（以 $\text{SO}_4$ 计）的测定

#### A. 4. 1 试剂和材料

A. 4. 1. 1 盐酸溶液：1→4。

A. 4. 1. 2 硫酸溶液： $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 0.005 \text{ mol/L}$ 。

A. 4. 1. 3 盐酸羟胺。

#### A. 4. 2 分析步骤

称取0.4 g 试样，精确至0.1 mg，置于100 mL 容量瓶中，加50 mL 水溶解并稀释至刻度，此为试样溶液。称取0.4 mL 硫酸溶液，置于50 mL 容量瓶中，加1 mL 盐酸溶液，加水稀释至刻度，此为对照溶液。取10 mL 试样溶液，置于50 mL 容量瓶中，加1 mL 盐酸溶液和0.1 g 盐酸羟胺，煮沸1 min，冷却，加水稀释至刻度。试样溶液浊度不应超过对照溶液浊度，即试样中硫酸盐含量(以 $\text{SO}_4$ 计)不大于0.48%。

### A. 5 三价铁盐的测定

#### A. 5. 1 试剂和材料

A. 5. 1. 1 盐酸。

A. 5. 1. 2 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

A. 5. 1. 3 淀粉指示液：称取1 g 淀粉加入10 mL 冷水，磨混，将200 mL 热水边搅拌边倒入，将溶液煮沸至半透明，冷却静置后，取上清液。

A. 5. 1. 4 碘化钾。

#### A. 5. 2 分析步骤

称取2 g 试样，精确至0.1 mg，置于250 mL 碘量瓶中，加5 mL 盐酸和加30 mL 水溶解，加4 g 碘化钾，盖上瓶塞，水封，在暗处放置15 min，加2 mL 淀粉指示液，充分振摇，溶液呈红紫色至蓝紫色，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至颜色消失，硫代硫酸钠标准滴定溶液用量不得超过1 mL，即为通过实验。1 mL 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液 = 5.585 mg Fe。

### A. 6 酒石酸盐的测定

#### A. 6. 1 试剂和材料

A. 6. 1. 1 醋酸溶液：1→4。

A. 6. 1. 2 氢氧化钾溶液：67 g/L。

#### A. 6. 2 分析步骤

称取1 g 试样，精确至0.1 mg，加5 mL 水和10 mL 氢氧化钾溶液，水浴加热10 min，边加热边充分振摇，冷却，过滤。取滤液5 mL，加醋酸溶液调成弱酸性，加2 mL 醋酸溶液，放

置24 h, 无白色结晶沉淀形成, 即为通过试验。

---

## 附件 4

# 食品添加剂新品种 L-苹果酸钠

英文名称: L-(-)-malic acid disodium salt

功能分类: 酸度调节剂

### (一) 用量及使用范围

用于各类食品 (GB 2760-2014 表A.3食品类别除外), 用量按生产需要适量使用。

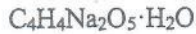
### (二) 质量规格要求

#### 1 范围

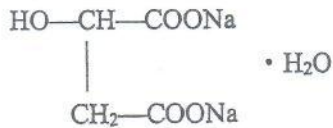
本质量规格要求适用于以 L-苹果酸和碳酸钠反应的, 经结晶、干燥制得的食物添加剂 L-苹果酸钠。

#### 2 分子式、结构式和相对分子质量

##### 2.1 分子式



##### 2.2 结构式



##### 2.3 相对分子质量

一水结晶 196.06 (按 2013 年国际相对原子质量)

#### 3 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	取适量试样, 置于清洁、干燥的白瓷盘中, 在自然光线下, 观察色泽和状态。
状态	结晶性粉末或块状	

##### 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
L-苹果酸钠 (以 $C_4H_4Na_2O_5 \cdot H_2O$ 计) 含量, w/%	99.0 ~ 100.5	附录 A 中 A.3
比旋光度 $\alpha_m(20^\circ C, D)/[(^\circ) \cdot dm^2 \cdot kg^{-1}]$	-6.5 ~ -7.5	附录 A 中 A.4
碱度 (以 $Na_2CO_3$ 计), w/%	$\leq 0.2$	GB/T 9736
干燥减量, w/%	$\leq 9.2$	附录 A 中 A.5
铅 (Pb) /(mg/kg)	$\leq 2.0$	GB 5009.12
富马酸, w/%	$\leq 1.0$	附录 A 中 A.6
马来酸, w/%	$\leq 0.05$	附录 A 中 A.6

## 附录 A

### 检测方法

#### A.1 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。

试验方法中所用的标准滴定溶液、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 和 GB/T 603 之规定制备，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

##### A.2.1 试剂和材料

A.2.1.1 对氨基苯磺酸。

A.2.1.2 盐酸溶液：1+1。

A.2.1.3 乙酸钴-双氧铈溶液：称取 4 g 乙酸双氧铈，置于 50 mL 乙酸溶液（60 g/L）中，加热使溶解；称取 20 g 乙酸钴，同样置于 50 mL 乙酸溶液（60 g/L）中，在温热状态下将两溶液混合，冷却至 20 °C 并保持 2 h，过滤，即得。

A.2.1.4 亚硝酸钠溶液：200 g/L。

A.2.1.5 氢氧化钠溶液：40 g/L。

##### A.2.2 溶解性试验

称取 1 g 试样，精确至 0.01 g，用水溶解并稀释至 10 mL，溶液应澄清。

##### A.2.3 钠盐试验

铂丝用盐酸溶液湿润后，熏取试样，在无色火焰中燃烧，火焰应显亮黄色。

称取 1 g 试样，精确至 0.01 g，用适量的水溶解，加 1 mL 盐酸溶液，用水稀释至 20 mL。取 1 mL 该溶液，加 5 mL 乙酸钴-双氧铈溶液，振摇，有黄色沉淀产生。

##### A.2.4 L-苹果酸盐试验

称取 1 g 试样，精确至 0.01 g，加适量的水溶解并稀释至 20 mL。取试样溶液 5 mL 放入瓷蒸发皿中，加对氨基苯磺酸 10 mg，水浴上加热数分钟，加亚硝酸钠溶液 5 mL，略加热，滴加氢氧化钠溶液使成碱性，应显红色。

#### A.3 L-苹果酸钠（以 $C_4H_4Na_2O_5 \cdot H_2O$ 计）含量的测定

##### A.3.1 方法提要

用高效液相色谱法，在选定的工作条件下，以稀磷酸和甲醇为流动相，用高压输液泵将流动相泵入 C18 色谱柱，使试样溶液中各组分进行分离，用紫外检测器进行检测，由数据处理系统记录和处理色谱信号。

##### A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 水：符合 GB/T6682 的一级水

A.3.2.2 L-苹果酸：色谱纯

##### A.3.3 仪器和设备

高效液相色谱仪，带脱气装置，配备紫外检测器。

##### A.3.4 参考色谱条件

A.3.4.1 流动相：量取  $1 \text{ mL} \pm 0.02 \text{ mL}$  磷酸（优级纯试剂）于 1000 mL 容量瓶中，加入 100 mL 甲醇（HPLC 级试剂）（可根据柱效调整加入量），加水稀释至刻度，再经  $0.45 \mu\text{m}$  滤膜过

滤。

A. 3. 4. 2 色谱柱: C18, 填料孔径 12 nm, 填料粒径 5 μm, 柱长 250 mm, 柱内径 4.6 mm, 或其他等效色谱柱。

A. 3. 4. 3 流速: 1 mL/min。

A. 3. 4. 4 柱温: 30 °C。

A. 3. 4. 5 波长: 214 nm。

A. 3. 4. 6 进样量: 10 μL。

### A. 3. 5 分析步骤

#### A. 3. 5. 1 工作曲线的绘制

按表 A.1 中 L-苹果酸浓度标准系列, 配制出不同浓度的标准溶液, 按照浓度和峰面积绘制工作曲线, 保留时间为 3.52 min。

表 A. 1 L-苹果酸浓度标准系列

名称	L-苹果酸
标准浓度 1/(g/L)	0.5
标准浓度 2/(g/L)	1
标准浓度 3/(g/L)	3
标准浓度 4/(g/L)	5
标准浓度 5/(g/L)	7
标准浓度 6/(g/L)	9

#### A. 3. 5. 2 试样溶液的制备

称取 0.4 g 试样, 精确至 0.0002 g, 于 100 mL 容量瓶, 加少量水溶解并稀释至刻度, 混匀, 色谱分析前用 0.45 μm 微孔滤膜过滤。

#### A. 3. 5. 3 测定

在规定的色谱条件下, 取标准溶液和试样溶液各 10 μL 分别注入液相色谱仪, 在工作曲线上查得试液中 L-苹果酸的浓度。

#### A. 3. 6 结果计算

L-苹果酸钠 (以  $C_4H_4Na_2O_5 \cdot H_2O$  计) 含量的质量分数以  $w_1$  计, 按式 (A. 1) 计算:

$$w_1 = \frac{c \times 100 \times M_1}{1000 \times m \times M_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A. 1)$$

式中:

$c$  ——测定得到的试样中 L-苹果酸的浓度, 单位为克每升 (g/L);

$m$  ——试样的质量, 单位为克 (g);

$M_1$  ——水苹果酸钠的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) [ $M_1(C_4H_4Na_2O_5 \cdot H_2O) = 196.06$ ];

$M_2$  ——L-苹果酸的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) [ $M_2(C_4H_6O_5) = 134.09$ ];

100 ——试样的定容体积, 单位为毫升 (mL);

1000 ——换算因子

### A. 4 比旋光度 $\alpha_D(20^\circ C, D)$ 的测定

#### A. 4. 1 分析步骤

称取 4.25 g 试样, 精确至 0.001 g, 加入 20 mL 水溶解, 移至 50 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。



比旋光度  $\alpha_n(20^\circ\text{C}, D)$  数值以 “(°)·dm<sup>2</sup>·kg<sup>-1</sup>” 表示, 按式(A. 2) 计算:

$$\alpha_m(20^\circ\text{C}, D) = \frac{\alpha}{l\rho_a} \dots\dots\dots (\text{A. 2})$$

式中:

$\alpha$  ——测得的旋光角, 单位为度(°);

$l$  ——旋光管的长度单位为分米(dm);

$\rho_a$  ——溶液中有效组分的质量浓度, 单位为克每毫升(g/mL)。

A. 4. 2 其它按 GB/T613 的规定进行。

## A. 5 干燥减量的测定

### A. 5. 1 分析步骤

称取 4 g 试样, 精确至 0.0002 g, 置于已烘至质量恒定的称量瓶中, 于 120 °C±2 °C 的恒温干燥箱中, 干燥 2 h, 调整温度至 160 °C±2 °C, 再干燥 2 h, 取出, 置于干燥器中冷却至室温, 称量。

### A. 5. 2 结果计算

干燥减量的质量分数  $w_2$ , 按式(A. 3) 计算:

$$w_2 = \frac{m - m_1}{m} \dots\dots\dots (\text{A. 3})$$

式中:

$m$  ——干燥前试样的质量, 单位为克(g);

$m_1$  ——干燥后试样的质量, 单位为克(g)。

## A. 6 富马酸和马来酸含量的测定

### A. 6. 1 方法提要

用高效液相色谱法, 在选定的工作条件下, 以磷酸氢二铵溶液为流动相, 用高压输液泵将流动相泵入 C18 色谱柱, 使试样溶液中各组分进行分离, 用紫外检测器进行检测, 由数据处理系统记录和处理色谱信号。

### A. 6. 2 试剂和材料

A. 6. 2. 1 水: 符合 GB/T6682 的一级水

A. 6. 2. 2 富马酸: 色谱纯

A. 6. 2. 3 马来酸: 色谱纯

### A. 6. 3 仪器和设备

高效液相色谱仪, 带脱气装置, 配备紫外检测器。

### A. 6. 4 参考色谱条件

A. 6. 4. 1 流动相: 取磷酸氢二铵 20 g, 加入约 900 mL 水溶解后, 用磷酸调节溶液的 pH 为 2, 然后用 0.45 μm 的滤膜过滤, 定容至 1000 mL。

A. 6. 4. 2 色谱柱: C18, 填料孔径 12 nm, 填料粒径 5 μm, 柱长 250 mm, 柱内径 4.6 mm, 或其他等效色谱柱。

A. 6. 4. 3 流速: 0.8 mL/min。

A. 6. 4. 4 柱温: 40 °C。

A. 6. 4. 5 波长: 210 nm。

A. 6. 4. 6 进样量: 20  $\mu$ L。

A. 6. 5 分析步骤

A. 6. 5. 1 工作曲线的绘制

按表 A.2 中马来酸和富马酸浓度标准系列, 配制出两种不同浓度的混合标准溶液, 按照浓度和峰面积绘制工作曲线, 各物质的保留时间参照表 A.3。

表 A. 2 马来酸和富马酸浓度标准系列

名称	马来酸	富马酸
标准浓度 1/(mg/L)	约 0.5	约 1.5
标准浓度 2/(mg/L)	约 1	约 3
标准浓度 3/(mg/L)	约 2.5	约 7.5
标准浓度 4/(mg/L)	约 5	约 15
标准浓度 5/(mg/L)	约 10	约 30
标准浓度 6/(mg/L)	约 20	约 60

表 A. 3 马来酸和富马酸的保留时间

名称	马来酸	富马酸
保留时间/min	4.50	5.32

A. 6. 5. 2 试样溶液的制备

称取 0.5 g 试样, 精确至 0.0002 g, 于 100 mL 容量瓶, 加少量水溶解并稀释至刻度, 混匀, 色谱分析前用 0.45  $\mu$ m 微孔滤膜过滤。

A. 6. 5. 3 测定

在规定的色谱条件下, 取标准溶液和试样溶液各 20  $\mu$ L 分别注入液相色谱仪, 在工作曲线上查得试液中富马酸或马来酸的浓度。

A. 6. 6 结果计算

富马酸或马来酸含量的质量分数以  $w_3$  计, 按式 (A. 4) 计算:

$$w_3 = \frac{c \times 100 / 1000}{1000 \times m} \times 100\% \dots\dots\dots (A. 4)$$

式中:

$c$  ——测定得到的试样中富马酸或马来酸的浓度, 单位毫克每升 (mg/L);

$m$  ——试样的质量, 单位为克 (g);

100 ——试样的定容体积, 单位为毫升 (mL);

1000 ——换算因子。

实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两次独立测定结果的绝对差值不大于其算术平均值的 10%。

附件 5

食品添加剂 N-[N-(3,3-二甲基丁基)]-L- $\alpha$ -天门冬氨-L-苯丙氨酸 1-甲酯（又名纽甜）等  
7 种扩大使用范围和用量的品种

序号	名称	功能	食品分类号	食品名称	最大使用量 (g/kg)	备注
1.	N-[N-(3,3-二甲基丁基)]-L- $\alpha$ -天门冬氨-L-苯丙氨酸 1-甲酯（又名纽甜）	甜味剂	04.01.02.08	蜜饯凉果	0.3	—
2.	丙二醇脂肪酸酯	乳化剂	07.02.02	西式糕点	10.0	—
3.	环己基氨基磺酸钠（又名甜蜜素）	甜味剂	11.04	餐桌甜味料	按生产需要适量使用	
4.	亮蓝及其铝色淀	着色剂	09.03.03	鱼子制品	0.2	仅限使用亮蓝
5.	柠檬黄及其铝色淀	着色剂	09.03.03	鱼子制品	0.15	仅限使用柠檬黄
6.	日落黄及其铝色淀	着色剂	09.03.03	鱼子制品	0.2	仅限使用日落黄
7.	胭脂红及其铝色淀	着色剂	09.03.03	鱼子制品	0.16	仅限使用胭脂红

---

分送：各省、自治区、直辖市及新疆生产建设兵团卫生计生委，国家食品安全风险评估中心。

---

国家卫生健康委员会办公厅

2018年8月23日印发

---





# 食品安全标准与监测评估司

网站首页 | 首页 | 最新信息 | 政策文件 | 工作动态 | 关于我们 | 图片集锦 | 专题专栏

通知公告

您现在所在位置： 首页 > 最新信息 > 风险评估 > 通知公告

## 关于弯曲乳杆菌等24种“三新食品”的公告（2019年第2号）

发布时间：2019-05-29 来源：食品安全标准与监测评估司

分享到



### 2019年 第2号

根据《食品安全法》规定，审评机构组织专家对弯曲乳杆菌等3种新食品原料、硫酸镁等15种食品相关产品新品种、L-γ-谷氨酰-L-缬氨酰-甘氨酸等6种食品添加剂新品种安全性评估材料进行审查并通过。特此公告。

- 附件：1.弯曲乳杆菌等3种新食品原料  
2.硫酸镁等15种食品相关产品新品种  
3.L-γ-谷氨酰-L-缬氨酰-甘氨酸等6种食品添加剂新品种

国家卫生健康委  
2019年5月20日

附件1

## 弯曲乳杆菌等3种新食品原料

### 一、弯曲乳杆菌

中文名称	弯曲乳杆菌
拉丁名称	<i>Lactobacillus curvatus</i>
其他需要说明的情况	1.使用范围：发酵肉制品、发酵乳及乳制品，但不包括婴幼儿食品。 2.婴幼儿不宜食用，标签及说明书中应当标注不适宜人群。 3.食品安全指标应当符合我国相关标准。

### 二、明日叶

中文名称	明日叶
英文名称	Ashitaba stem and leaf
基本信息	来源：伞形科、当归属明日叶（拉丁名称： <i>Angelica keiskei</i> ） 食用部位：茎和叶
推荐食用量	鲜品≤50克/天（干品推荐食用量以鲜品折算）
其他需要说明的	1.婴幼儿、孕妇及哺乳期妇女不宜食用，标签及说明书中应当标注不适宜人群。



情况	2.食品安全指标按照我国现行食品安全国家标准中有关蔬菜的规定执行。
----	-----------------------------------

### 三、枇杷花

中文名称	枇杷花
英文名称	Loquat flower
基本信息	来源：蔷薇科、枇杷属枇杷（拉丁名称： <i>Eriobotrya japonica</i> (Thunb.) Lindl.） 食用部位：花
生产工艺简述	以枇杷花为原料，经去梗、清洗、烘干等工艺制成
推荐食用量	干品≤8克/天
其他需要说明的情况	1.婴幼儿、孕妇及哺乳期妇女不宜食用，标签及说明书应当标注不适宜人群。 2.食品安全指标按照我国现行食品安全国家标准中有关干制蔬菜（叶类蔬菜）的规定执行。

附件2

## 硫酸镁等15种食品相关产品新品种

### 一、扩大使用范围的食品接触材料及制品用添加剂

#### （一）硫酸镁

产品名称	中文	硫酸镁
	英文	Magnesium sulfate
CAS号	7487-88-9	
使用范围	塑料：丙烯腈-丁二烯-苯乙烯共聚物（ABS）	
最大使用量/ %	按生产需要适量使用	
特定迁移限量（SML）/（mg/kg）	—	
最大残留量（QM）/（mg/kg）	—	
备注	—	

#### （二）1,3:2,4-双-O-[(3,4-二甲基苯基)亚甲基]-D-葡萄糖醇

产品名称	中文	1,3:2,4-双-O-[(3,4-二甲基苯基)亚甲基]-D-葡萄糖醇
	英文	Bis(3,4-dimethylbenzylidene) sorbitol
CAS号	135861-56-2	
使用范围	塑料：聚1-丁烯（PB-1）	
最大使用量/ %	0.3	
特定迁移限量（SML）/（mg/kg）	—	
最大残留量（QM）/（mg/kg）	—	

备注	—
----	---

## (三) 芥酸酰胺

产品名称	中文	芥酸酰胺
	英文	Erucamide
CAS号		112-84-5
使用范围		塑料：聚1-丁烯（PB-1）
最大使用量/ %		0.3
特定迁移限量 (SML) / (mg/kg)		—
最大残留量 (QM) / (mg/kg)		—
备注		—

## (四) 硬脂酸钙

产品名称	中文	硬脂酸钙
	英文	Calcium stearate
CAS号		1592-23-0
使用范围		塑料：聚1-丁烯（PB-1）
最大使用量/ %		0.2
特定迁移限量 (SML) / (mg/kg)		—
最大残留量 (QM) / (mg/kg)		—
备注		—

## (五) 硬脂酸锌

产品名称	中文	硬脂酸锌
	英文	Zinc stearate
CAS号		557-05-1
使用范围		塑料：聚4-甲基-1-戊烯（PMP）
最大使用量/ (%)		0.04
特定迁移限量 (SML) / (mg/kg)		—
最大残留量 (QM) / (mg/kg)		—
备注		锌元素SML应当符合GB 9685-2016附录C的规定。

## (六) 四[3-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯

产品名称	中文	四[3-(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸]季戊四醇酯
	英文	Pentaerythritol tetra [3-(3,5-di-tert-butyl-4-hydroxyphenyl) propionate]
CAS号		6683-19-8
备注		

使用范围	塑料：聚4-甲基-1-戊烯（PMP）
最大使用量/（%）	0.13
特定迁移限量 （SML）/（mg/kg）	—
最大残留量 （QM）/（mg/kg）	—
备注	—

## (七) 三(2,4-二叔丁基苯基)亚磷酸酯

产品名称	中文	三(2,4-二叔丁基苯基)亚磷酸酯
	英文	Tri(2,4-ditertrabutyl phenyl) phosphite ester
CAS号	31570-04-4	
使用范围	塑料：聚4-甲基-1-戊烯（PMP）	
最大使用量/（%）	0.08	
特定迁移限量 （SML）/（mg/kg）	—	
最大残留量 （QM）/（mg/kg）	—	
备注	—	

## (八) 2-丙烯酸丁酯与2-丙烯酸-2-乙基己基酯的聚合物

产品名称	中文	2-丙烯酸丁酯与2-丙烯酸-2-乙基己基酯的聚合物
	英文	2- Propenoic acid, butyl ester, polymer with 2- ethylhexyl 2-propenoate
CAS号	171885-12-4	
使用范围	涂料及涂层	
最大使用量/（%）	按生产需要适量使用	
特定迁移限量 （SML）/（mg/kg）	0.05（2-丙烯酸-2-乙基己基酯）；6（以丙烯酸计）	
最大残留量 （QM）/（mg/kg）	—	
备注	—	

## 二、食品接触材料及制品用添加剂新品种

## (一) N,N'-二(十八酰基)-乙二胺与氮杂环十三烷-2-酮的均聚物和1-异氰酸根合十八碳烷的反应产物

产品名称	中文	N,N'-二(十八酰基)-乙二胺与氮杂环十三烷-2-酮的均聚物和1-异氰酸根合十八碳烷的反应产物
	英文	Octadecanamide, N,N'-1,2-ethanediybis-, reaction products with azacyclotridecan-2-one homopolymer and 1-isocyanatooctadecane
CAS号	338462-62-7	
使用范围	涂料及涂层	

最大使用量/ %	2
特定迁移限量 (SML) / (mg/kg)	5 (氮杂环十三烷-2-酮) ; ND (以异氰酸根计, DL=0.01mg/kg)
最大残留量 (QM) / (mg/kg)	1 (以异氰酸根计)
备注	添加了该物质的食品接触用涂料及涂层的使用温度不得超过121℃。

### 三、食品接触材料及制品用树脂新品种

#### (一) 1,4-苯二甲酸与己二酸、1,4-丁二醇和偏苯三甲酸酐的聚合物

产品名称	中文	1,4-苯二甲酸与己二酸、1,4-丁二醇和偏苯三甲酸酐的聚合物
	英文	1,4-Benzenedicarboxylic acid, polymer with hexanedioic acid, 1,4-butanediol and 1,2,4-benzenetricarboxylic acid 1,2-anhydride
CAS号		
使用范围		涂料及涂层
最大使用量/ %		30
特定迁移限量 (SML) / (mg/kg)		7.5 (以1,4-苯二甲酸计) ; 5 (以1,4-丁二醇计) ; 5 (以偏苯三甲酸计)
最大残留量 (QM) / (mg/kg)		
备注		以该物质为原料生产的食品接触用涂料及涂层不得用于接触乙醇含量高于8%的食品, 使用温度不得超过121℃。

#### (二) 氯甲基环氧乙烷与4,4'-亚甲基双(2,6-二甲基酚)和对苯二酚的聚合物

产品名称	中文	氯甲基环氧乙烷与4,4'-亚甲基双(2,6-二甲基酚)和对苯二酚的聚合物
	英文	Polymer with 2-(chloromethyl)oxirane, 4,4'-methylenebis[2,6-dimethylphenol] and 1,4-benzenediol
CAS号		—
使用范围		涂料及涂层
最大使用量/ %		90
特定迁移限量 (SML) / (mg/kg)		0.6 (对苯二酚) ; ND (氯甲基环氧乙烷, DL=0.01mg/kg) ; 0.2 [以4,4'-亚甲基双(2,6-二甲基酚)、4,4'-亚甲基双(2,6-二甲基酚)与氯甲基环氧乙烷的聚合物(TMBPF-DGE)、TMBPF-DGE·H <sub>2</sub> O和TMBPF-DGE·2H <sub>2</sub> O之和计]; 0.05 (以TMBPF-DGE·HCl、TMBPF-DGE·2HCl和TMBPF-DGE·HCl·H <sub>2</sub> O之和计)
最大残留量 (QM) / (mg/kg)		1 (氯甲基环氧乙烷)
备注		以该物质为原料生产的食品接触用涂料及涂层

备注	不得用于接触婴幼儿食品与母乳。
----	-----------------

(三) 二甲基乙醇胺部分中和的缩水甘油封端双酚A/环氧氯丙烷共聚物与苯乙烯、甲基丙烯酸甲酯、丙烯酸2-乙基己酯、丙烯酸和甲基丙烯酸酯的反应产物

产品名称	中文	二甲基乙醇胺部分中和的缩水甘油封端双酚A/环氧氯丙烷共聚物与苯乙烯、甲基丙烯酸甲酯、丙烯酸2-乙基己酯、丙烯酸和甲基丙烯酸酯的反应产物
	英文	Poly(bisphenol A-co-epichlorohydrine) glycidyl end-capped, reaction products with styrene, methyl methacrylate, 2-ethylhexyl acrylate, acrylic acid, and methacrylic acid, partially neutralized with dimethyl ethanol amine
CAS号	—	
使用范围	涂料及涂层	
特定迁移限量 (SML) / (mg/kg)	6 (以甲基丙烯酸计); 0.05 (丙烯酸2-乙基己酯); ND (环氧氯丙烷, DL=0.01 mg/kg); 0.6 (双酚A)	
最大残留量 (QM) / (mg/kg)	1 (环氧氯丙烷)	
备注	以该物质为原料生产的食品接触用涂料及涂层不得用于接触脂肪性食品、乙醇含量超过15%的食品、婴幼儿食品与母乳。	

(四) 1,3-苯二甲酸与1,4-苯二甲酸、1,4-丁二醇、1,2-乙二醇和己二酸的聚合物

产品名称	中文	1,3-苯二甲酸与1,4-苯二甲酸、1,4-丁二醇、1,2-乙二醇和己二酸的聚合物
	英文	1,3-benzenedicarboxylic acid, polymer with 1,4-benzenedicarboxylic acid, 1,4-butanediol, 1,2-ethanediol and hexanedioic acid
CAS号	72229-82-4	
使用范围	涂料及涂层	
最大使用量/ %	50	
特定迁移限量 (SML) / (mg/kg)	5 (以1,3-苯二甲酸计); 7.5 (以1,4-苯二甲酸计); 5 (以1,4-丁二醇计); 30 (以乙二醇计)	
最大残留量 (QM) / (mg/kg)	—	
备注	以该物质为原料生产的食品接触用涂料及涂层不得用于接触乙醇含量高于8%的食品, 使用温度不得超过121℃。	

(五) 5-异氰酸根合-1-(异氰酸根合甲基)-1,3,3-三甲基环己烷的均聚物与2,2-二甲基-1,3-丙二醇、二甘醇、1,4-二(羟甲基)环己烷、1,3-苯二甲酸、氢化二聚C18不饱和脂肪酸和ε-己内酰胺的反应产物

--	--	--

产品名称	中文	5-异氰酸根合-1-(异氰酸根合甲基)-1,3,3-三甲基环己烷的均聚物与2,2-二甲基-1,3-丙二醇、二甘醇、1,4-二(羟甲基)环己烷、1,3-苯二甲酸、氢化二聚C <sub>18</sub> 不饱和脂肪酸和ε-己内酰胺的反应产物
	英文	Poly(isophorone diisocyanate) reaction products with 2,2-dimethyl-1,3-propanediol, diethylene glycol, 1,4-cyclohexanedimethanol, isophthalic acid, fatty acids, C <sub>18</sub> -unsaturated, dimers, hydrogenated and caprolactam
CAS号	—	
使用范围	涂料及涂层	
最大使用量/ %	70	
特定迁移限量 (SML) / (mg/kg)	5 (以1,3-苯二甲酸计) ; 0.05 (2,2-二甲基-1,3-丙二醇) ; 30 (以乙二醇计) ; 15 (以己内酰胺计) ; ND (以异氰酸根计, DL=0.01 mg/kg)	
最大残留量 (QM) / (mg/kg)	1 (以异氰酸根计)	
备注	以该物质为原料生产的食品接触用涂料及涂层不得用于接触乙醇含量高于8%的食品、婴幼儿食品与母乳, 使用温度不得超过121℃。	

(六) 1,3-苯二甲酸与1,4-苯二甲酸、1,3-二氢-1,3-二氧化-5-异苯并呋喃羧酸、己二酸、2-甲基-1,3-丙二醇和2,2'-氧双[乙醇]的聚合物

产品名称	中文	1,3-苯二甲酸与1,4-苯二甲酸、1,3-二氢-1,3-二氧化-5-异苯并呋喃羧酸、己二酸、2-甲基-1,3-丙二醇和2,2'-氧双[乙醇]的聚合物
	英文	1,3-benzenedicarboxylic acid, polymer with 1,4-benzenedicarboxylic acid, 1,3-dihydro-1,3-dioxo-5-isobenzofurancarboxylic acid, hexanedioic acid, 2-methyl-1,3-propanediol and 2,2'-oxybis[ethanol]
CAS号	1013326-79-8	
使用范围	涂料及涂层	
最大使用量/ %	18.5	
特定迁移限量 (SML) / (mg/kg)	5 (以1,3-苯二甲酸计) ; 7.5 (以1,4-苯二甲酸计) ; 5 (以偏苯三甲酸计) ; 5 (2-甲基-1,3-丙二醇) ; 30 (以乙二醇计)	
最大残留量 (QM) / (mg/kg)	—	

备注

以该物质为原料生产的食品接触用涂料及涂层不得用于接触乙醇含量高于8%的食品、婴幼儿食品与母乳，使用温度不得超过121℃。

附件3

## L-γ-谷氨酰-L-缬氨酰-甘氨酸等6种 食品添加剂新品种

### 一、食品用香料新品种

名称：L-γ-谷氨酰-L-缬氨酰-甘氨酸

英文名称：Glutamyl-valyl-glycine

功能分类：食品用香料

#### （一）用量及使用范围

配制成食品用香精用于各类食品（GB 2760-2014表B.1食品类别除外），用量为按生产需要适量使用。

#### （二）质量规格要求

##### 1 范围

本标准适用于通过化学合成制得的食品添加剂L-γ-谷氨酰-L-缬氨酰-甘氨酸。

##### 2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

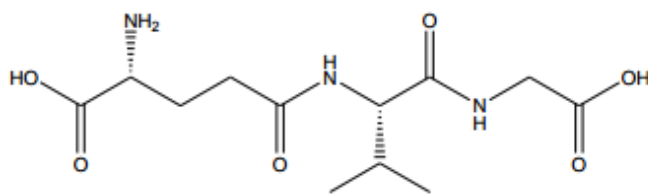
###### 2.1 化学名称

L-γ-谷氨酰-L-缬氨酰-甘氨酸

###### 2.2 分子式

C<sub>12</sub>H<sub>21</sub>N<sub>3</sub>O<sub>6</sub>

###### 2.3 结构式



###### 2.4 相对分子质量

303.31（按2007年国际相对原子质量）

##### 3 技术要求

###### 3.1 感官要求

感官要求应当符合表1的规定。

### 表1 感官要求

项目	指标	检验方法
色泽	灰白色固体粉末	将试样置于一洁净白纸上，用目测法观察
香气	略咸，有酵母味	GB /T 14454.2-2008

###### 3.2 理化指标

理化指标应当符合表2的规定。

### 表2 理化指标

项目	指标	检验方法
含量，w /% ≥	95.0	附录A
熔程 /℃	200~204	GB/T 14457.3

附录A

## 食品添加剂 L-γ-谷氨酰-L-缬氨酰-甘氨酸的测定

### A.1 仪器和设备

A.1.1 色谱仪：按GB/T 27579-2011中第五章的规定。

A.1.2 ODS液相色谱柱。

A.1.3 检测器：紫外吸光光度计。

A.2 测定方法

内标法：按GB/T 27579-2011中9.0测定含量。

A.3 重复性及结果表示

按照GB/T 27579-2011中9.2规定进行，应当符合要求。

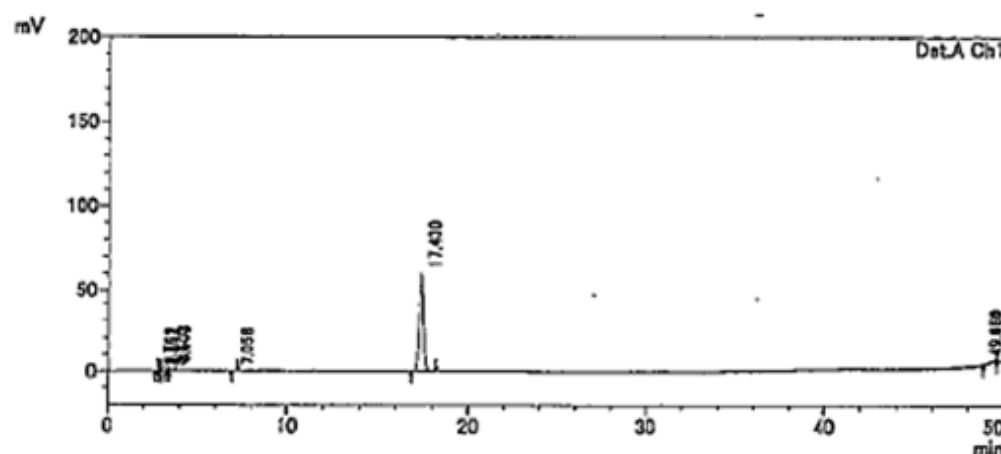
食品添加剂L-γ-谷氨酰-L-缬氨酰-甘氨酸的高效液相色谱图参见附录B。

## 附录B

### 食品添加剂 L-γ-谷氨酰-L-缬氨酰-甘氨酸的高效液相色谱图及操作条件

B.1 食品添加剂L-γ-谷氨酰-L-缬氨酰-甘氨酸的高效液相色谱图

食品添加剂L-γ-谷氨酰-L-缬氨酰-甘氨酸的高效液相色谱图见图B.1。



图B.1 食品添加剂L-γ-谷氨酰-L-缬氨酰-甘氨酸的高效液相色谱图

B.2 操作条件

B.2.1 色谱柱：ODS-C18色谱柱，4.6×250 mm，5 μm。

B.2.2 流动相A：将磷酸二氢钾6.80 g溶解在1000 mL水里，加入磷酸，调整到pH 3.0。

B.2.3 流动相B：在400 mL流动相A中加入600 mL乙腈。

B.2.4 流量：1.0 mL/min。

B.2.5 检测器：λ = 210 nm。

B.2.6 柱温：30°C。

B.2.7 洗脱梯度：流动相洗脱梯度见表 B.1。

表 B.1 流动相洗脱梯度

时间 (min)	%A	%B
0 ~ 25	100	0
25 ~ 50	100 ~ 0	0 ~ 100

## 二、食品添加剂扩大使用范围

序号	名称	功能	食品分类号	食品名称	最大使用量 (g/kg)	备注
1	二氧化硅	抗结剂	13.05	其他特殊膳食用食品（仅限1~10岁特殊医学用途配方食品）	10	—
2	β-环状糊精	其他	04.02.02.03	腌渍的蔬菜	0.5	—
3	硫磺	防腐剂	12.09.01	香辛料及粉（仅限八角）	0.15	以二氧化硫残留量计

## 三、食品营养强化剂扩大使用范围

序号	名称	功能	食品分类号	食品名称	使用量	备注
1	半乳甘露聚糖	营养强化剂	13.03	特殊医学用途配方食品（13.01中涉及品种除外）	≤120 g/kg	—
					符合GB 29922《食品安全	



2	富硒酵母	营养强化剂	13.03	特殊医学用途配方食品（13.01中涉及品种除外）	国家标准《特殊医学用途配方食品通则》中关于硒的规定。	—
---	------	-------	-------	--------------------------	----------------------------	---

相关链接：[解读《关于弯曲乳杆菌等24种“三新食品”的公告》（2019年第2号）](#)

分享到 

委机关

地方部门

直属和联系单位

业务主管社会组织

相关链接



联系方式 | 网站地图

地址：北京市西城区西直门外南路1号 邮编：100044 电话：010-68792114

中华人民共和国国家卫生健康委员会 版权所有，不得非法镜像。 ICP备案编号：京ICP备11020874

技术支持：国家卫生健康委员会统计信息中心





# 食品安全标准与监测评估司

主站首页 | 首页 | 最新信息 | 政策文件 | 工作动态 | 关于我们 | 图片集锦 | 专题专栏

通知公告

您现在所在位置: 首页 > 最新信息 > 风险评估 > 通知公告

## 关于可溶性大豆多糖等19种“三新食品”的公告

发布时间: 2019-07-22 来源: 食品安全标准与监测评估司



### 2019年第4号

根据《食品安全法》规定, 审评机构组织专家对可溶性大豆多糖等11种食品添加剂新品种、乙酸钠等8种食品相关产品新品种的安全性评估材料审查并通过。

特此公告。

附件: 1.可溶性大豆多糖等11种食品添加剂新品种  
2.乙酸钠等8种食品相关产品新品种

国家卫生健康委  
2019年7月11日

附件1

## 可溶性大豆多糖等11种食品添加剂新品种

### 一、食品添加剂扩大使用范围

序号	名称	功能	食品分类号	食品名称	最大使用量	备注
1	可溶性大豆多糖	抗结剂	06.03.02.01	生湿面制品(如面条、饺子皮、馄饨皮、烧麦皮)	5.0g/kg	—
2	焦糖色(加氨生产)	着色剂	15.01.07	其他蒸馏酒(仅限龙舌兰酒)	1.0 g/L	—
3	焦糖色(普通法)	着色剂	15.01.07	其他蒸馏酒(仅限龙舌兰酒)	1.0 g/L	—
4	聚甘油蓖麻醇酸酯(PGPR)	乳化剂	05.04	装饰糖果(如工艺造型, 或用于蛋糕装饰)、顶饰(非水果材料)和甜汁(仅限巧克力涂层)	5.0 g/kg	—
5	辣椒红	着色剂	04.04.01.05	新型豆制品(大豆蛋白及其膨化食品、大豆素肉等)	按生产需要 适量使用	—
			12.09.02	香辛料油		
6	辣椒油树脂	增味剂、着色剂	08.02.01	调理肉制品(生肉添加调料)	按生产需要 适量使用	—
			08.02.02	腌腊肉制品类(如咸肉、腊肉、板鸭、中式火腿、腊肠)		
			08.03.01.02	酱卤肉类		
			12.09.02	香辛料油		
	维生素E( <i>dl</i> - $\alpha$ -生		02.02	水油状脂肪乳化制品		

7	育酚, <i>d-α</i> -生育酚, 混合生育酚浓缩物)	抗氧化剂	02.03	02.02类以外的脂肪乳化制品, 包括混合的和(或)调味的脂肪乳化制品	0.5g/kg	—
---	--------------------------------	------	-------	-------------------------------------	---------	---

## 二、食品工业用加工助剂扩大使用范围

序号	中文名称	英文名称	功能	使用范围
1	甲酸钠	sodium formate	发酵用营养物质	发酵工艺
2	丙酸及其钠盐、钙盐	propionic acid, sodium propionate, calcium propionate	发酵用营养物质	酵母的生产工艺, 残留量≤0.1 g/kg

## 三、食品营养强化剂扩大使用范围

序号	名称	功能	食品分类号	食品名称	使用量	备注
1	低聚半乳糖(乳清滤出液来源)	营养强化剂	01.03.02	调制乳粉(仅限儿童用乳粉)	不超过64.5 g/kg	—

## 四、食品工业用酶制剂新品种

序号	名称	来源	供体
1	葡萄糖氧化酶 Glucose oxidase	产黄青霉 <i>Penicillium chrysogenum</i>	—

葡萄糖氧化酶的质量规格要求应当符合《食品安全国家标准 食品添加剂 食品工业用酶制剂》(GB 1886.174)的规定。

附件2

## 乙酸钠等8种食品相关产品新品种

### 一、食品接触材料及制品用添加剂扩大使用范围

#### (一) 乙酸钠

产品名称	中文	乙酸钠
	英文	Sodium acetate
CAS号	127-09-3	
使用范围	塑料: 乙烯-乙烯醇共聚物 (EVOH)	
最大使用量/ %	按生产需要适量使用	
特定迁移限量 (SML) / (mg/kg)	—	
最大残留量 (QM) / (mg/kg)	—	
备注	—	

#### (二) 磷酸

产品名称	中文	磷酸
	英文	Phosphoric acid
CAS号	7664-38-2	
	塑料: 乙烯-乙烯醇共聚物	

使用范围	( EVOH )
最大使用量/ %	按生产需要适量使用
特定迁移限量 ( SML ) / ( mg/kg )	—
最大残留量 ( QM ) / ( mg/kg )	—
备注	—

## (三) 磷酸二氢钾

产品名称	中文	磷酸二氢钾
	英文	Potassium dihydrogen phosphate
CAS号	7778-77-0	
使用范围	塑料：乙烯-乙烯醇共聚物 ( EVOH )	
最大使用量/ %	按生产需要适量使用	
特定迁移限量 ( SML ) / ( mg/kg )	—	
最大残留量 ( QM ) / ( mg/kg )	—	
备注	—	

## 二、食品接触材料及制品用添加剂新品种

## (一) 4,4'-亚甲基双(2,6-二甲基酚)与氯甲基环氧乙烷的聚合物

产品名称	中文	4,4'-亚甲基双(2,6-二甲基酚)与氯甲基环氧乙烷的聚合物
	英文	Oxirane, (chloromethyl)-, polymer with 4,4'-methylenebis[2,6-dimethylphenol]
CAS号	113693-69-9	
使用范围	涂料及涂层	
最大使用量/ %	按生产需要适量使用	
特定迁移限量 ( SML ) / ( mg/kg )	0.2[以4,4'-亚甲基双(2,6-二甲基酚)、4,4'-亚甲基双(2,6-二甲基酚)与氯甲基环氧乙烷的聚合物(TMBPF-DGE)、TMBPF-DGE·H <sub>2</sub> O和TMBPF-DGE·2H <sub>2</sub> O之和计]；0.05(以TMBPF-DGE·HCl、TMBPF-DGE·2HCl和TMBPF-DGE·HCl·H <sub>2</sub> O之和计)	
最大残留量 ( QM ) / ( mg/kg )	—	
备注	添加了该物质的食品接触用涂料及涂层不得用于接触婴幼儿食品与母乳	

## 三、食品接触材料及制品用树脂新品种

## (一) 甲醛与2-甲基苯酚、3-甲基苯酚和4-甲基苯酚的聚合物的丁基醚

产品名称	中文	甲醛与2-甲基苯酚、3-甲基苯酚和4-甲基苯酚的聚合物的丁基醚
	英文	Formaldehyde, polymer with 2-methylphenol, 3-methylphenol, 4-methylphenol, butyl ether
CAS号		298689-79-9
使用范围		涂料及涂层
最大使用量/ %		5
特定迁移限量 (SML) / ( mg/kg )		15 ( 以甲醛计 )
最大残留量 (QM) / ( mg/kg )		—
备注		以该物质为原料生产的食品接触用涂料及涂层使用温度不得超过121℃

## (二) 氯乙烯-乙酸乙烯-马来酸三元共聚物

产品名称	中文	氯乙烯-乙酸乙烯-马来酸三元共聚物
	英文	Vinyl chloride- vinyl acetate- maleic acid terpolymer
CAS号		9005-09-8
使用范围		涂料及涂层
最大使用量/ %		4.5
特定迁移限量 (SML) / ( mg/kg )		ND ( 氯乙烯, DL=0.01mg/kg ) ; 12 ( 乙酸乙烯酯 ) ; 30 ( 以马来酸计 )
最大残留量 (QM) / ( mg/kg )		1 ( 氯乙烯 )
备注		—

## (三) 1,4-环己二甲醇与3-羟甲基丙烷、2,2-二甲基-1,3-丙二醇、己二酸、1,3-苯二甲酸和马来酸酐的共聚物

产品名称	中文	1,4-环己二甲醇与3-羟甲基丙烷、2,2-二甲基-1,3-丙二醇、己二酸、1,3-苯二甲酸和马来酸酐的共聚物
	英文	1,4-cyclohexanedimethanol polymer with trimethylol propane, neopentyl glycol, adipic acid, isophthalic acid and maleic anhydride
CAS号		—
使用范围		涂料及涂层

最大使用量/ %	65
特定迁移限量 (SML) / ( mg/kg )	6 ( 3-羟甲基丙烷 ) ; 5 ( 以1,3-苯二甲酸计 ) ; 0.05 ( 2,2-二甲基-1,3-丙二醇 ) ; 30 ( 以马来酸计 )
最大残留量 (QM) / ( mg/kg )	—
备注	以该物质为原料生产的食品接触用涂料及涂层仅用于接触乙醇含量不超过8%的食品, 使用温度不得超过121°C

(四) 4,4'-异亚丙基苯酚与甲醛的聚合物

产品名称	中文	4,4'-异亚丙基苯酚与甲醛的聚合物
	英文	Formaldehyde, polymer with 4,4'-(1-methylethylidene)bis[phenol]
CAS号	25085-75-0	
使用范围	涂料及涂层	
最大使用量/ %	10	
特定迁移限量 (SML) / ( mg/kg )	15 ( 以甲醛计 ) ; 0.6 ( 4,4'-异亚丙基苯酚 )	
最大残留量 (QM) / ( mg/kg )	—	
备注	以该物质为原料生产的食品接触用涂料及涂层不得用于接触婴幼儿食品与母乳	

相关链接: [解读《关于可溶性大豆多糖等19种“三新食品”公告》\(2019年第4号\)](#)

分享到 

委机关

地方部门

直属和联系单位



联系方式 | 网站地图

地址: 北京市西城区西直门外南路1号 邮编: 100044 电话: 010-68792114

中华人民共和国国家卫生健康委员会 版权所有, 不得非法镜像. ICP备案编号: 京ICP备11020874

技术支持: 国家卫生健康委员会统计信息中心



## 食品安全标准与监测评估司

本站首页

首页

最新信息

政策文件

工作动态

关于我们

图片集锦

专题专栏

### 通知公告

## 关于葡萄糖淀粉酶等28种“三新食品”的公告（2019年第6号）

发布时间：2019-12-13 来源：食品安全标准与监测评估司

2019年 第6号

根据《食品安全法》规定，审评机构组织专家对葡萄糖淀粉酶等11种食品添加剂新品种、聚环辛烯等17种食品相关产品新品种的安全性评估材料审查并通过。

特此公告。

附 件 ：

附件 1

## 葡糖淀粉酶等 11 种食品添加剂新品种

### 一、食品工业用酶制剂新品种

序号	酶	来源	供体
1	葡糖淀粉酶 Glucoamylase	李氏木霉 <i>Trichoderma reesei</i>	李氏木霉 <i>Trichoderma reesei</i>

葡糖淀粉酶的质量规格要求应符合《食品安全国家标准 食品添加剂 食品工业用酶制剂》（GB 1886.17）的规定。



## 二、食品用香料新品种

(一) (1R,2S,5R)-N-(4-甲氧苯基)-5-甲基-2-(1-甲基乙基)环己基甲酰胺

英文名称：(1R,2S,5R)-N-(4-Methoxyphenyl)-5-methyl-2-(1-methylethyl)cyclohexanecarboxamide

功能分类：食品用香料

用量及使用范围：配制成食品用香精用于各类食品（GB 2760-2014 表 B.1 食品类别除外），用量为按生产需要适量使用。

质量规格要求：

### 1 范围

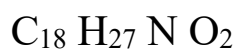
本质量规格适用于以(1R,3R,4S)-对-薄荷烷基-3-甲酸、三氯化磷和对-茴香胺等为原料，经化学反应制得的食物添加剂(1R,2S,5R)-N-(4-甲氧苯基)-5-甲基-2-(1-甲基乙基)环己基甲酰胺。

### 2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

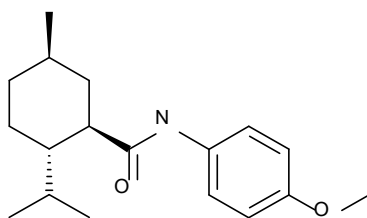
#### 2.1 化学名称

(1R,2S,5R)-N-(4-甲氧苯基)-5-甲基-2-(1-甲基乙基)环己基甲酰胺

#### 2.2 分子式



#### 2.3 结构式



## 2.4 相对分子质量

289.42 (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	指 标	检验方法
色泽	白色	将试样置于比色管内,用目测法观察
状态	晶体	
香气	清凉薄荷样香气	GB/T 14454.2

### 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
(1R,2S,5R)-N-(4-甲氧苯基)-5-甲基-2-(1-甲基乙基)环己基甲酰胺含量, w/%	≥ 98.0	附录 A
熔点/°C	177~181	GB/T 14457.3

## 附录 A

### 食品添加剂(1R,2S,5R)-N-(4-甲氧苯基)-5-甲基-2-(1-甲基乙基) 环己基甲酰胺含量的测定

#### A.1 仪器和设备

A.1.1 色谱仪：按 GB/T 11538—2006 中第 5 章的规定。

A.1.2 柱：毛细管柱。

A.1.3 检测器：氢火焰离子化检测器。

#### A.2 测定方法

面积归一化法：按 GB/T 11538—2006 中 10.4 测定含量。

试样制备：称取本品 1 g 溶于 10 mL 叔丁基甲醚中，摇匀备用。

#### A.3 重复性及结果表示

按 GB/T 11538—2006 中 11.4 规定执行，应符合要求。

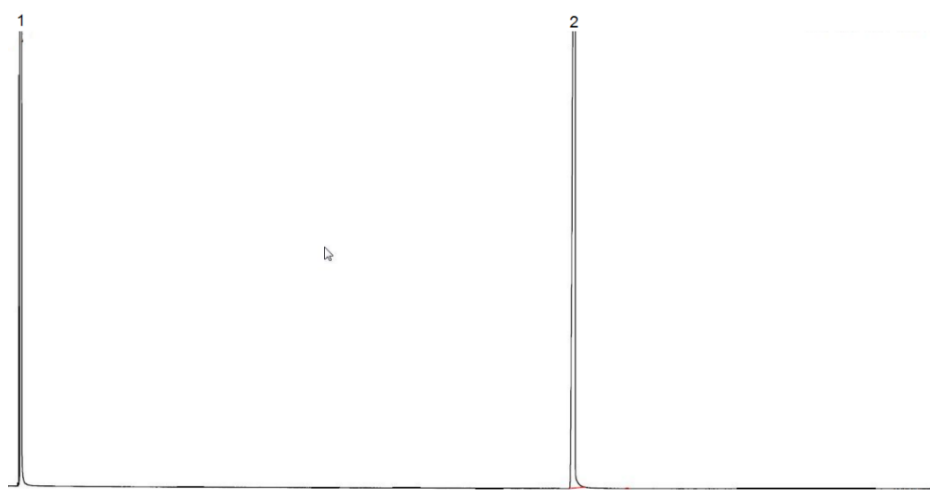
食品添加剂(1R,2S,5R)-N-(4-甲氧苯基)-5-甲基-2-(1-甲基乙基) 环己基甲酰胺气相色谱图及操作条件参见附录 B。

## 附录 B

### 食品添加剂(1R,2S,5R)-N-(4-甲氧苯基)-5-甲基-2-(1-甲基乙基) 环己基甲酰胺典型气相色谱图及操作条件 (面积归一化法)

#### B.1 食品添加剂(1R,2S,5R)-N-(4-甲氧苯基)-5-甲基-2-(1-甲基乙基) 环己基甲酰胺气相色谱图

食品添加剂(1R,2S,5R)-N-(4-甲氧苯基)-5-甲基-2-(1-甲基乙基) 环己基甲酰胺典型气相色谱图见 B. 1。



说明：1—溶剂（叔丁基甲醚）；2—(1R,2S,5R)-N-(4-甲氧苯基)-5-甲基-2-(1-甲基乙基) 环己基甲酰胺。

图 B. 1 食品添加剂(1R,2S,5R)-N-(4-甲氧苯基)-5-甲基-2-(1-甲基乙基) 环己基甲酰胺气相色谱图

## B.2 操作条件

B.2.1 柱：毛细管柱，长 50 m，内径 0.25 mm 。

B.2.2 固定相：聚乙二醇。

B.2.3 膜厚：0.25  $\mu\text{m}$  。

B.2.4 色谱炉温度：60°C恒温5 min，然后线性程序升温从60°C至250°C，速率5°C/min，最后在250°C恒温5 min。

B.2.5 进样口温度：250°C。

B.2.6 检测器温度：280°C。

B.2.7 检测器：氢火焰离子化检测器。

B.2.8 载气：氮气。

B.2.9 载气流速：2.0 mL/min。

B.2.10 进样量：1  $\mu\text{L}$ 。

B.2.11 分流比：30: 1。

---

## (二) 2-(4-甲基苯氧基)-N-(1H-吡唑-3-基)-N-(噻吩-2-基甲基)乙酰胺

英文名称: 2-(4-Methylphenoxy)-N-(1H-pyrazol-3-yl)-N-(thiophen-2-ylmethyl) acetamide

功能分类: 食品用香料

用量及使用范围: 配制成食品用香精用于各类食品(GB 2760-2014表B.1食品类别除外), 用量为按生产需要适量使用。

质量规格要求:

### 1 范围

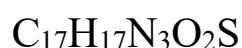
本质量规格适用于以1H-吡唑-3-胺、噻吩-2-甲醛和2-(4-甲基苯氧基)乙酸乙酯为起始原料合成制得的食物添加剂 2-(4-甲基苯氧基)-N-(1H-吡唑-3-基)-N-(噻吩-2-基甲基)乙酰胺。

### 2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

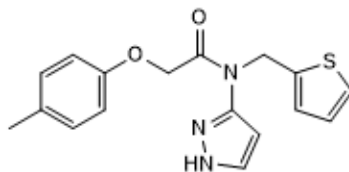
#### 2.1 化学名称

2-(4-甲基苯氧基)-N-(1H-吡唑-3-基)-N-(噻吩-2-基甲基)乙酰胺

#### 2.2 分子式



#### 2.3 结构式



## 2.4 相对分子质量

327.40 (按2013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	指 标	检验方法
色泽	白色到米白色	取适量试样置于清洁、干燥的白色瓷盘中，在自然光下观察色泽和状态
状态	粉末	
香气	凉感，并带有轻微的薄荷醇香气	GB/T 14454.2

### 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
含量, w/%	≥ 99.0	附录 A
熔点/°C	115~116.5	GB/T 14457.3

## 附录 A

# 食品添加剂 2-(4-甲基苯氧基)-N-(1H-吡唑-3-基)-N-(噻吩-2-基甲基)乙酰胺含量的测定

### A.1 仪器和设备

A.1.1 高效液相色谱仪：按 GB/T 27579-2011 中第 5 章的规定。

A.1.2 柱：C18 液相色谱柱。

A.1.3 检测器：紫外检测器或其他等效检测器。

### A.2 测定方法

内标法：按 GB/T 27579-2011 中 9.2 的规定。

### A.3 重复性及结果表示

按 GB/T 27579-2011 中 10.3 规定进行，应符合要求。

食品添加剂 2-(4-甲基苯氧基)-N-(1H-吡唑-3-基)-N-(噻吩-2-基甲基)乙酰胺液相色谱图及操作条件参见附录 B。

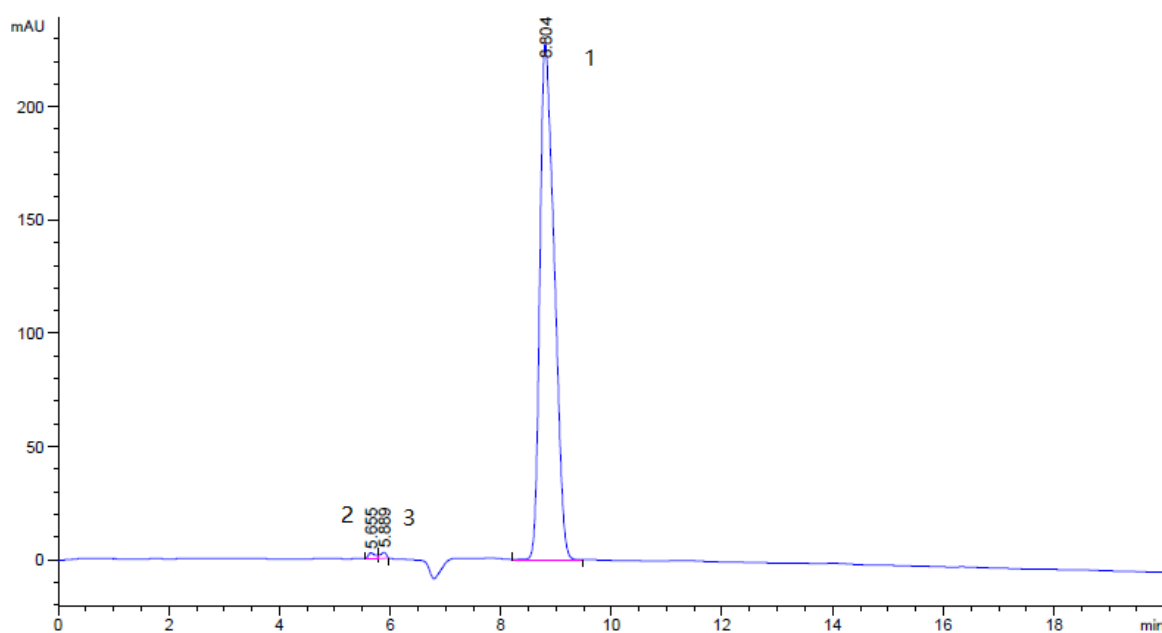


## 附录 B

### 食品添加剂 2-(4-甲基苯氧基)-N-(1H-吡唑-3-基)-N-(噻吩-2-基甲基) 乙酰胺液相色谱图及操作条件

#### B.1 食品添加剂 2-(4-甲基苯氧基)-N-(1H-吡唑-3-基)-N-(噻吩-2-基甲基) 乙酰胺液相色谱图

食品添加剂 2-(4-甲基苯氧基)-N-(1H-吡唑-3-基)-N-(噻吩-2-基甲基) 乙酰胺液相色谱图见图 B.1。



说明：1—2-(4-甲基苯氧基)-N-(1H-吡唑-3-基)-N-(噻吩-2-基甲基) 乙酰胺；2—2-(4-甲基苯氧基)-N-(1-甲基-1H-吡唑-3-基)-N-(噻吩-2-基甲基) 乙酰胺；3—2-(4-甲基苯氧基)-N-(1-甲基-1H-吡唑-5-基)-N-(噻吩-2-基甲基) 乙酰胺

图 B.1 食品添加剂 2-(4-甲基苯氧基)-N-(1H-吡唑-3-基)-N-(噻吩-2-基甲基) 乙酰胺液相色谱图

## B.2 液相色谱操作条件

B.2.1 柱：C18色谱柱，长20 mm，内径 2.1 mm，粒度1.7  $\mu\text{m}$ ，或其他等效色谱柱。

B.2.2 流动相A：0.1%甲酸水溶液，色谱纯。

B.2.3 流动相B：乙腈，色谱纯。

B.2.4 流速：1.00 mL/min。

B.2.5 进样量：5.0  $\mu\text{L}$ 。

B.2.6 柱温：40  $^{\circ}\text{C}$ 。

B.2.7 无洗脱梯度：0-20 min之内，流动相A比例保持为68%，流动相B比例保持为32%。

B.2.8 二极管阵列检测器光谱：190-400 nm，增量2.0 nm。

B.2.9 二极管阵列检测器波长：230 nm。

B.2.10 信号收集时间：20 min。

## B.3 质谱操作条件

B.3.1 电离源：双喷射流电喷雾离子源。

B.3.2 极性：正极。

B.3.3 气体温度：290  $^{\circ}\text{C}$ 。

B.3.4 气体流速：12 L/min。

B.3.5 雾化器：60 psig（磅/平方英寸）。

B.3.6 保护气体温度：375  $^{\circ}\text{C}$ 。

B.3.7 保护气体流速：12 L/min。

B.3.8 毛细管电压：4000 V。

B.3.9 喷嘴电压：1000 V。

B.3.10 碎裂电压：200 V。

B.3.11 模式：二级质谱。

B.3.12 碰撞能量：质荷比 328.1114 和 342.1270 (8V)。

B.3.13 参考质量已启用：启用。

B.3.14 参考质量：121.0509, 922.0098。

---

### 三、食品营养强化剂新品种

中文名称：维生素 K<sub>2</sub>（合成法）

英文名称：Vitamin K<sub>2</sub> (Synthesis method)

功能分类：食品营养强化剂

用量及使用范围：

食品分类号	食品名称	使用量	备注
01.03.02	调制乳粉（仅限儿童用乳粉）	420 μg/kg~750 μg/kg	—
	调制乳粉（仅限孕产妇用乳粉）	340 μg/kg~680 μg/kg	—

质量规格要求：

#### 1 范围

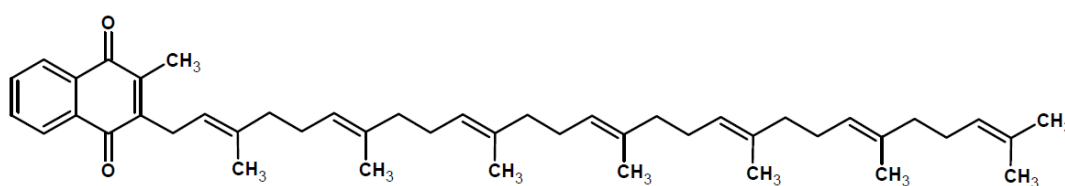
本质量规格要求适用于以维生素 K<sub>3</sub>、法尼醇和香叶醇为原料，合成制得的食品营养强化剂维生素 K<sub>2</sub>（合成法）。

#### 2 分子式、结构式和相对分子质量

##### 2.1 分子式



##### 2.2 结构式



## 2.3 相对分子质量

649.00 (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
滋味、气 味	本品特有的气味、滋味，无 异味	取适量试样置于 50 mL 烧杯中，在自然光下观察 其色泽、性状、杂质，尝 其滋味，嗅其气味。
性状	黄色粉末、深黄色至棕褐色 固体（制成固体前为棕褐色 油状）	
杂质	无正常视力可见的杂质	

### 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
维生素 K <sub>2</sub> (全反式) 的含量, w/%	98.0~102.0	附录 A 中 A.4
顺式异构体含量, 面积/% ≤	2.0	附录 A 中 A.5
水分, w/% ≤	0.5	GB 5009.3 直接 干燥法
灰分, w/% ≤	0.1	GB 5009.4
总砷 (以 As 计) /(mg/kg) ≤	0.5	GB 5009.11
镉 (Cd) /(mg/kg) ≤	0.5	GB 5009.15
铅 (Pb) /(mg/kg) ≤	0.5	GB 5009.12
汞 (Hg) /(mg/kg) ≤	0.1	GB 5009.17

注：商品化的维生素 K<sub>2</sub>（合成法）产品应以符合本标准的维生素 K<sub>2</sub>（合成法）为原料，可添加符合相应标准的食用植物油、淀粉、蔗糖、中链甘油三酯、微晶纤维素、阿拉伯胶、磷酸三钙、抗氧化剂、抗结剂、增稠剂等辅料而制成。

### 3.3 微生物指标

微生物指标应符合表 3 的规定。

表 3 微生物指标

项 目	指 标	检验方法
菌落总数, CFU /g	< 1000	GB 4789.2
酵母和霉菌, CFU /g	< 50	GB 4789.15
沙门氏菌	0/25g	GB 4789.4
大肠埃希氏菌	< 10 CFU/g(mL)	GB 4789.38
金黄色葡萄球菌	0/25g	GB 4789.10

### 4 其他要求

产品应置于适宜的密闭容器中保存，室温，避免光照、暴晒及潮湿。

## 附录 A

### 检验方法

#### A.1 安全提示

本质量规格要求试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，按相关规定操作，操作时需小心谨慎。若溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。在使用易燃品时，严禁使用明火加热。

#### A.2 一般规定

本质量规格要求所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682中规定的一级水。试验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。

因维生素K<sub>2</sub>对光敏感，制备样品时应注意避光（如使用琥珀色玻璃瓶/容量瓶，并限制室内光）。

#### A.3 鉴别试验

试样用四氢呋喃提取，按含量测定项下色谱条件进行高效液相色谱分析，与维生素K<sub>2</sub>标准品的保留时间进行对照。试样色谱图的主峰应与标准品主峰保留时间一致。

#### A.4 维生素 K<sub>2</sub>(全反式)含量的测定

#### A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 维生素 K<sub>2</sub> (全反式) 标准品。

A.4.1.2 四氢呋喃：色谱纯。

A.4.1.3 无水乙醇：色谱纯。

#### A.4.2 标准溶液和试样溶液制备

##### A.4.2.1 标准溶液制备

称取 25 mg 维生素 K<sub>2</sub> (全反式) 标准品 (A.4.1.1) 于 50 mL 容量瓶中，加入 1 mL 的四氢呋喃 (A.4.1.2)，用无水乙醇 (A.4.1.3) 溶解并定容至刻度。吸取 5 mL 该溶液至 25 mL 的容量瓶中，用无水乙醇 (A.4.1.3) 定容至刻度。

##### A.4.2.2 试样溶液制备

称取 25 mg 试样于 50 mL 容量瓶中，加入 1 mL 的四氢呋喃 (A.4.1.2)，用无水乙醇 (A.4.1.3) 溶解并定容至刻度。吸取 5 mL 该溶液至 25 mL 容量瓶中，用无水乙醇 (A.4.1.3) 定容至刻度。

#### A.4.3 仪器和设备

高效液相色谱仪，配备有紫外检测器。

#### A.4.4 参考色谱条件

推荐的色谱柱及典型操作条件如下表 A.1，其它能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件均可使用。

表A.1 色谱柱和色谱操作条件

色谱柱	4.6 mm x 10 cm; 2.6 μm; 填料: L62
-----	---------------------------------



柱温/°C	25
流动相	无水乙醇:水 (97:3)
流速/ mL/min	0.7
检测波长/nm	268
进样量/ μL	10
运行时间	至少 3 倍于维生素 K <sub>2</sub> (全反式) 的保留时间

#### A.4.5 分析步骤

##### A.4.5.1 系统适应性

进样标准溶液，6 次重复进样的相对标准偏差 (RSD) 不超过 3%。

##### A.4.5.2 试样测定

将标准品溶液和试样溶液 10 μL 注入液相色谱仪中进行测定，以保留时间定性，峰面积外标法定量。

#### A.4.6 结果计算

维生素 K<sub>2</sub> (全反式) 含量  $A$  以%计，按式 (A.1) 计算：

$$A = (r_{u7} / r_s) \times (C_s / C_u) \times 100 \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

$r_{u7}$ ——试样中维生素 K<sub>2</sub> (全反式) 对应峰面积；

$r_s$ ——标准品中维生素 K<sub>2</sub> (全反式) 对应峰面积；

$C_s$ ——标准溶液中维生素 K<sub>2</sub> (全反式) 的浓度，单位为毫克每毫升 (mg/mL)；

$C_u$ ——试样溶液中维生素 K<sub>2</sub> (全反式) 的浓度，单位为毫克每毫升 (mg/mL)；

100——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算术平均值的10%。

## A.5 顺式异构体含量的测定

### A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 维生素 K<sub>2</sub> 标准品。

A.5.1.2 四氢呋喃：色谱纯。

A.5.1.3 无水乙醇：色谱纯。

### A.5.2 标准溶液与试样溶液制备

#### A.5.2.1 标准溶液制备

称取 40 mg 维生素 K<sub>2</sub> 标准品 (A.5.1.1) 于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 的四氢呋喃 (A.5.1.2) 摇动溶解，用无水乙醇 (A.5.1.3) 定容至刻度。吸取 1.0 mL 该溶液至 10 mL 容量瓶中，用无水乙醇 (A.5.1.3) 定容至刻度。用 0.45 μm 孔径的膜过滤。

#### A.5.2.2 试样溶液制备

称取 40 mg 试样于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 的四氢呋喃 (A.5.1.2) 摇动溶解，用无水乙醇 (A.5.1.3) 定容至刻度。吸取 1.0 mL 该溶液至 10 mL 容量瓶中，用无水乙醇 (A.5.1.3) 定容至刻度。用 0.45 μm 孔径的膜过滤。

### A.5.3 仪器和设备

高效液相色谱仪，配备有紫外检测器。

#### A.5.4 参考色谱条件

推荐的色谱柱及典型操作条件如下表 A.2，其它能达到同等分离程度的色谱柱和色谱操作条件均可使用。

表 A.2 色谱柱和色谱操作条件

色谱柱	4.6 mm x 25 cm; 5 $\mu$ m, 填料: L62
柱温/ $^{\circ}$ C	25
流动相	水:无水乙醇:甲醇:四氢呋喃 (1:15:80:10)
流速/ mL/min	0.8
检测波长/nm	268
进样量/ $\mu$ L	20
运行时间	至少 1.5 倍于维生素 K <sub>2</sub> (全反式) 的保留时间

#### A.5.5 分析步骤

##### A.5.5.1 系统适应性

进样试样溶液，维生素 K<sub>2</sub> (全反式) 和维生素 K<sub>2</sub> 顺式异构体相对保留时间为 1.0 min 和 1.1 min。

维生素 K<sub>2</sub> (全反式) 和维生素 K<sub>2</sub> 顺式异构体之间的分辨率不小于 1.5。

##### A.5.5.2 试样测定

将试样溶液 20  $\mu$ L 注入液相色谱仪中进行测定，以保留时间定性，峰面积外标法定量。

#### A.5.6 结果计算

顺式异构体含量  $B$  以面积/%计，按式 (A.2) 计算：

$$B = rc / (rT + rc) \times 100 \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

$r_C$ ——试样中顺式异构体对应的峰面积；

$r_T$ ——试样维生素  $K_2$ （全反式）对应的峰面积；

100——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算术平均值的10%。

---

#### 四、食品添加剂扩大使用范围

序号	名称	功能	食品分类号	食品名称	最大使用量 (g/kg)	备注
1	丙酸钙	防腐剂	08.02.01	调理肉制品（生肉添加调料）	3.0	以丙酸计
			08.03.02	熏、烧、烤肉类		
2	红曲黄色素	着色剂	12.10.01.02	鸡精、鸡粉	按生产需要 适量使用	—
3	焦糖色（亚硫酸铵法）	着色剂	15.01.07	其他蒸馏酒（仅限龙舌兰酒）	1.0 g/L	—
4	ε-聚赖氨酸盐 酸盐	防腐剂	10.02.01	卤蛋	0.5	—
5	辣椒红	着色剂	04.04.01.03	豆干再制品	按生产需要 适量使用	—
			09.04	熟制水产品（可直接食用）		

6	硬脂酰乳酸钠	乳化剂、 稳定剂	02.05	其他油脂或油脂制品（仅限粉末油脂）	2.0	—
7	植物炭黑	着色剂	04.04.01.02	豆干类	按生产需要 适量使用	—
			04.05.02	加工坚果与籽类		

## 附件 2

# 聚环辛烯等 17 种食品相关产品新品种

## 一、食品接触材料及制品用添加剂新品种

### (一) 聚环辛烯

产品名称	中文	聚环辛烯
	英文	Polycyclooctene
CAS 号	25267-51-0	
使用范围	塑料：乙烯-乙烯醇共聚物（EVOH）	
最大使用量/%	8	
特定迁移限量 (SML)/(mg/kg)	0.05（环辛烯）	
最大残留量(QM) /(mg/kg)	—	
备注	添加了该物质的EVOH用于多层食品接触材料及制品的非食品接触层，厚度不得超过 100 μm，使用温度不得超过 100℃，不得用于接触婴幼儿食品和母乳	

## (二) 甲醛与 3-甲基苯酚的聚合物的丁醚

产品名称	中文	甲醛与 3-甲基苯酚的聚合物的丁醚
	英文	Formaldehyde, polymer with 3-methylphenol, butyl ether
CAS 号	61991-38-6	
使用范围	涂料及涂层	
最大使用量/%	12 (以涂膜干重计)	
特定迁移限量 (SML)/(mg/kg)	15 (以甲醛计)	
最大残留量(QM) / (mg/kg)	—	
备注	添加了该物质的食品接触用涂料及涂层不得用于接触乙醇含量高于 50% 的食品；使用温度不得超过 127°C	



(三) 丙烯酰胺与二烯丙基二甲基氯化铵、衣康酸和丙烯酸  
的共聚物

产品名称	中文	丙烯酰胺与二烯丙基二甲基氯化铵、衣康酸和丙烯酸的共聚物
	英文	Copolymers of acrylamide, diallyldimethylammonium chloride, itaconic acid and propenoic acid
CAS 号		1802295-96-0
使用范围		纸和纸板
最大使用量/%		1.5 (以成品纸干重计)
特定迁移限量 (SML)/(mg/kg)		ND (丙烯酰胺, DL=0.01mg/kg); 6 (以丙烯酸计)
最大残留量(QM) / (mg/kg)		—
备注		添加了该物质的食品接触用纸和纸板材料及制品不得用于接触婴幼儿食品和母乳

(四) 丙烯酸和丙烯酸丁酯的聚合物与 *N,N*-二乙基乙胺的化合物

产品名称	中文	丙烯酸和丙烯酸丁酯的聚合物与 <i>N,N</i> -二乙基乙胺的化合物
	英文	Propenoic acid, polymer with butyl propenoate, compd. with <i>N,N</i> -diethylethanamine
CAS 号		27306-98-5
最大使用量/%		1 (以涂料配方计)
使用范围		涂料及涂层
特定迁移限量 (SML)/(mg/kg)		6 (以丙烯酸计)
最大残留量(QM) / (mg/kg)		—
备注		—

(五) 三聚氰胺与甲醛的聚合物的异丁基化醚

产品名称	中文	三聚氰胺与甲醛的聚合物的异丁基化醚
	英文	Melamine, polymer with formaldehyde, isobutylated
CAS 号	68002-21-1	
使用范围	涂料及涂层	
最大使用量/%	6 (以涂料配方计)	
特定迁移限量 (SML)/(mg/kg)	15 (以甲醛计); 2.5 (三聚氰胺)	
最大残留量(QM) / (mg/kg)	—	
备注	用于生产婴幼儿专用食品接触材料及制品时, 三聚氰胺的 SML 为 1mg/kg	

(六) 1,3-二氢-1,3-二氧代-5-异苯并呋喃羧酸与 2-乙基-2-(羟甲基)-1,3-丙二醇、1,2-丙二醇和 1,2,3-丙三醇的聚合物

产品名称	中文	1,3-二氢-1,3-二氧代-5-异苯并呋喃羧酸与 2-乙基-2-(羟甲基)-1,3-丙二醇、1,2-丙二醇和 1,2,3-丙三醇的聚合物；偏苯三甲酸酐与三羟甲基丙烷、1,2-丙二醇和 1,2,3-丙三醇的聚合物
	英文	5-Isobenzofurancarboxylic acid, 1,3-dihydro-1,3-dioxo-, polymer with 2-ethyl-2-(hydroxymethyl)-1,3-propanediol, 1,2-propanediol and 1,2,3-propanetriol
CAS 号		384330-10-3
使用范围		涂料及涂层
最大使用量/%		按生产需要适量使用
特定迁移限量 (SML)/(mg/kg)		5 (以偏苯三甲酸计); 6 (三羟甲基丙烷)
最大残留量(QM) / (mg/kg)		—
备注		添加了该物质的涂料及涂层不得用于接触乙醇含量高于 8%的食品

(七) 2-羟基-苯甲酸与甲醛和 2,4-二氨基-6-苯基-1,3,5-三嗪的乙基化甲基化聚合物

产品名称	中文	2-羟基-苯甲酸与甲醛和 2,4-二氨基-6-苯基-1,3,5-三嗪的乙基化甲基化聚合物
	英文	Benzoic acid, 2-hydroxy-, polymer with formaldehyde and 2,4-diamino-6-phenyl-1,3,5-triazine, ethylated methylated
CAS 号	196823-49-1	
使用范围	涂料及涂层	
最大使用量/%	按生产需要适量使用	
特定迁移限量 (SML)/(mg/kg)	15 (以甲醛计); 5 (2,4-二氨基-6-苯基-1,3,5-三嗪)	
最大残留量(QM) / (mg/kg)	—	
备注	添加了该物质的涂料及涂层不得用于接触乙醇含量高于 8% 的食品	

## 二、食品接触材料及制品用添加剂扩大使用范围

### (一) 微晶石蜡和烃蜡

产品名称	中文	微晶石蜡和烃蜡
	英文	Microcrystalline wax and hydrocarbon wax
CAS 号	63231-60-7	
使用范围	塑料：聚苯乙烯（PS）	
最大使用量/%	0.5	
特定迁移限量 (SML)/(mg/kg)	—	
最大残留量(QM) / (mg/kg)	—	
备注	添加了该物质的食品接触用塑料材料及制品不得用于接触乙醇含量超过 50% 的食品；仅用于室温灌装并在室温长期贮存（包括温度不超过 70℃，时间不超过 2h 或温度不超过 100℃，时间不超过 15min 条件下的热灌装及巴氏消毒）。该物质平均分子量不小于 500 Dw，100℃时粘度不低于 11mm <sup>2</sup> /s；碳原子数低于 25 的矿物烃类含量不超过 5%（以质量分数计）	

(二) C<sub>14</sub>-C<sub>18</sub> 和 C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub>-不饱和脂肪酸

产品名称	中文	C <sub>14</sub> -C <sub>18</sub> 和 C <sub>16</sub> -C <sub>18</sub> -不饱和脂肪酸
	英文	Fatty acids, C <sub>14</sub> -C <sub>18</sub> and C <sub>16</sub> -C <sub>18</sub> -unsatd
CAS 号		67701-06-8
使用范围		塑料：丙烯腈-丁二烯-苯乙烯（ABS）
最大使用量/%		按生产需要适量使用
特定迁移限量 (SML)/(mg/kg)		—
最大残留量(QM) / (mg/kg)		—
备注		—

### 三、食品接触材料及制品用树脂新品种

#### (一) 甲醛与苯酚、对叔丁基苯酚和正丁醇的聚合物

产品名称	中文	甲醛与苯酚、对叔丁基苯酚和正丁醇的聚合物
	英文	Formaldehyde, phenol and p-tert-butylphenol polymer with n-butanol
CAS 号	2215936-67-5	
使用范围	涂料及涂层	
最大使用量/%	9.5 (以涂料配方计)	
特定迁移限量 (SML)/(mg/kg)	15 (以甲醛计); 3.0 (游离酚, 以苯酚计); 0.05 (对叔丁基苯酚)	
最大残留量(QM) / (mg/kg)	—	
备注	—	



(二) 甲醛与正丁醇和苯酚的反应产物

产品名称	中文	甲醛与正丁醇和苯酚的反应产物
	英文	Formaldehyde, reaction products with butyl alcohol and phenol
CAS 号	96446-41-2	
使用范围	涂料及涂层	
最大使用量/%	10.8 (以涂料配方计)	
特定迁移限量 (SML)/(mg/kg)	15 (以甲醛计); 3.0 (游离酚, 以苯酚计)	
最大残留量(QM) / (mg/kg)	—	
备注	以该物质为原料生产的食品接触用涂料及涂层使用温度不得超过 121℃	

(三) 1,3-苯二甲酸与 1,4-苯二甲酸、1,4-丁二醇、丙二醇和己二酸的共聚物

产品名称	中文	1,3-苯二甲酸与 1,4-苯二甲酸、1,4-丁二醇、丙二醇和己二酸的共聚物
	英文	1,3-Benzenedicarboxylic acid, polymer with 1,4-benzenedicarboxylic acid, 1,4-butanediol, propane-1,2-diol and hexanedioic acid
CAS 号		95505-95-6
使用范围		涂料及涂层
最大使用量/%		60 (以涂膜干重计)
特定迁移限量 (SML)/(mg/kg)		5 (以 1,3-苯二甲酸计); 7.5 (以 1,4-苯二甲酸计); 5 (以 1,4-丁二醇计)
最大残留量 (QM)/(mg/kg)		—
备注		以该物质为原料生产的食品接触用涂料及涂层不得用于接触乙醇含量超过 20% 的食品, 使用温度不得超过 121℃

(四) 1,3-苯二甲酸与 1,4-苯二甲酸、癸二酸、2,2-二甲基-1,3-丙二醇和 1,2-乙二醇的聚合物

产品名称	中文	1,3-苯二甲酸与1,4-苯二甲酸、癸二酸、2,2-二甲基-1,3-丙二醇和1,2-乙二醇的聚合物
	英文	1,3-Benzenedicarboxylic acid, polymer with 1,4-benzenedicarboxylic acid, decanedioic acid, 2,2-dimethyl-1,3-propanediol and 1,2-ethanediol
CAS 号		26353-05-9
使用范围		涂料及涂层
最大使用量/%		85 (以涂膜干重计)
特定迁移限量 (SML)/(mg/kg)		5 (以 1,3-苯二甲酸计); 7.5 (以 1,4-苯二甲酸计); 0.05 (2,2-二甲基-1,3-丙二醇); 30 (以乙二醇计)
最大残留量(QM) / (mg/kg)		—
备注		以该物质为原料生产的食品接触用涂料及涂层使用温度不得超过 127℃。该物质中 2,2-二甲基-1,3-丙二醇的含量不得超过 30% (以质量分数计)

(五) 1,3-苯二甲酸与 1,4-苯二甲酸、1,4-环己烷二甲醇、2,2-二甲基-1,3-丙二醇和 1,2-乙二醇的聚合物

产品名称	中文	1,3-苯二甲酸与1,4-苯二甲酸、1,4-环己烷二甲醇、2,2-二甲基-1,3-丙二醇和1,2-乙二醇的聚合物
	英文	1,3-benzenedicarboxylic acid, polymer with 1,4-benzenedicarboxylic acid, 1,4-cyclohexanedimethanol, 2,2-dimethyl-1,3-propanediol and 1,2-ethanediol
CAS 号		61960-52-9
使用范围		涂料及涂层
最大使用量/%		35 (以涂膜干重计)
特定迁移限量 (SML)/(mg/kg)		5 (以 1,3-苯二甲酸计); 7.5 (以 1,4-苯二甲酸计); 0.05 (2,2-二甲基-1,3-丙二醇); 30 (以乙二醇计)
最大残留量(QM) / (mg/kg)		—
备注		以该物质为原料生产的食品接触用涂料及涂层的使用温度不得高于 130℃。该物质中 2,2-二甲基-1,3-丙二醇的含量不得超过 30% (以质量分数计)

(六) 1,3-苯二甲酸与癸二酸、1,4-苯二甲酸-1,4-二甲酯、2,2-二甲基-1,3-丙二醇和 1,2-乙二醇的聚合物

产品名称	中文	1,3-苯二甲酸与癸二酸、1,4-苯二甲酸-1,4-二甲酯、2,2-二甲基-1,3-丙二醇和1,2-乙二醇的聚合物
	英文	1,3-Benzenedicarboxylic acid, polymer with decanedioic acid, 1,4-dimethyl-1,4-benzenedicarboxylate, 2,2-dimethyl-1,3-propanediol and 1,2-ethanediol
CAS 号	61412-73-5	
使用范围	涂料及涂层	
最大使用量/%	85 (以涂膜干重计)	
特定迁移限量 (SML)/(mg/kg)	5 (以 1,3-苯二甲酸计); 7.5 (以 1,4-苯二甲酸计); 0.05 (2,2-二甲基-1,3-丙二醇); 30 (以乙二醇计)	
最大残留量(QM) / (mg/kg)	—	
备注	以该物质为原料生产的食品接触用涂料及涂层的使用温度不得超过 127℃。该物质中 2,2-二甲基-1,3-丙二醇的含量不得超过 30% (以质量分数计)	

(七) 甲醛与三混甲酚的聚合物

产 品 名 称	中文	甲醛与三混甲酚的聚合物
	英文	Formaldehyde, polymer with methylphenol
CAS 号	9016-83-5	
使用范围	涂料及涂层	
最大使用量/%	19 (以涂料配方计)	
特定迁移限量 (SML)/(mg/kg)	15 (以甲醛计); 3.0 (游离酚, 以苯酚计)	
最大残留量(QM) / (mg/kg)	—	
备注	—	

(八) 甲醛与 4,4'-(1-甲基亚乙基)双[苯酚]、3-甲基苯酚和 4-甲基苯酚聚合物的丁基醚

产品名称	中文	甲醛与 4,4'-(1-甲基亚乙基)双[苯酚]、3-甲基苯酚和 4-甲基苯酚聚合物的丁基醚
	英文	Formaldehyde, polymer with 4,4'-(1-methylethylidene)bis[phenol], 3-methylphenol and 4-methylphenol, butylated
CAS 号	335637-88-2	
使用范围	涂料及涂层	
最大使用量/%	按生产需要适量使用	
特定迁移限量 (SML)/(mg/kg)	15 (以甲醛计); 0.6 (双酚 A)	
最大残留量(QM) / (mg/kg)	—	
备注	以该物质为原料生产的食品接触用涂料及涂层不得用于接触婴幼儿食品和母乳	

# 食品安全标准与监测评估司

主站首页

首页

最新信息

政策文件

关于我们

图片集锦

## 通告公告

---

### 关于瑞士乳杆菌R0052等53种“三新食品”的公告（2020年第4号）

发布时间：2020-06-02 来源：食品安全标准与监测评估司

---

2020年 第4号

根据《食品安全法》规定，审评机构组织专家对瑞士乳杆菌R0052等4种新食品原料、三赞胶等21种食品添加剂新品种、辛酸锌等28种食品相关产品新品种的安全性评估材料审查并通过。

特此公告。

附 件 :



瑞士乳杆菌R0052等4种新食品原料、三赞胶等21种食品添加剂新品种、辛酸锌等28种食品相关产品新品种公告文本

国家卫生健康委  
2020年5月20日

相关链接：解读《关于瑞士乳杆菌R0052等53种“三新食品”的公告》（2020年第4号）

中华人民共和国国家卫生健康委员会 版权所有，不得非法镜像。 ICP备案编号：京ICP备11020874  
技术支持：国家卫生健康委员会统计信息中心

---

#### 四、食品工业用加工助剂扩大使用范围

序号	助剂中文名称	助剂英文名称	功能	使用范围
1	磷酸	Phosphoric acid	自溶促进剂	酵母加工制品的生产工艺

#### 五、食品营养强化剂扩大使用范围

序号	营养强化剂	食品分类号	食品名称	使用量 (μg/kg)	备注
1	硒化卡拉胶	01.03.02	调制乳粉 (儿童用乳粉除外)	140 ~ 280	以硒计
			调制乳粉 (仅限儿童用乳粉)	60 ~ 130	
		06.02	大米及其制品	140 ~ 280	
		06.03	小麦粉及其制品	140 ~ 280	
		06.04	杂粮粉及其制品	140 ~ 280	
		07.01	面包	140 ~ 280	
		07.03	饼干	30 ~ 110	

主站首页

首页

最新信息

政策文件

关于我们

通告公告

## 关于蛋白质谷氨酰胺酶等21种“三新食品”的公告（2020年第6号）

发布时间：2020-08-14 来源：食品安全标准与监测评估司

2020年 第6号

根据《食品安全法》规定，审评机构组织专家对蛋白质谷氨酰胺酶等5种食品添加剂新品种、微纤化纤维素纸浆等16种食品相关产品新品种的安全性评估材料审查并通过。

特此公告。

附件：

## 蛋白质谷氨酰胺酶等5种食品添加剂新品种、微纤化纤维素纸浆等16种食品相关产品新品种公告文本

国家卫生健康委

2020年7月30日

相关链接：[解读《关于蛋白质谷氨酰胺酶等21种“三新食品”的公告》](#)  
(2020年第6号)

中华人民共和国国家卫生健康委员会 版权所有，不得非法镜像。 ICP备案编号：京ICP备11020874  
技术支持：国家卫生健康委员会统计信息中心

### 三、食品工业用加工助剂扩大使用范围

序号	助剂中文名称	助剂英文名称	功能	使用范围
1	硫酸锰	Manganese sulfate	发酵用营养物质	发酵工艺

### 四、食品营养强化剂扩大使用范围

序号	名称	功能	食品分类号	食品名称	使用量 (g/kg)
1	6S-5-甲基四氢叶酸钙	营养强化剂	01.01.03	调制乳 (仅限孕产妇用调制乳)	用量应符合 GB 14880 关于叶酸的规定
			01.03.02	调制乳粉 (仅限儿童用乳粉)	
				调制乳粉 (仅限孕产妇用乳粉)	
			06.06	即食谷物, 包括碾轧燕麦 (片)	
			14.02.03	果蔬汁 (肉) 饮料 (包括发酵型产品等)	
13.03	特殊医学用途配方食品 (13.01 中涉及品种除外)	可作为叶酸来源, 用量应符合 GB 29922 关于叶酸的规定			

网站首页

首页

最新信息

政策文件

关于我们

通告公告

## 关于蝉花子实体（人工培植）等15种“三新食品”的公告

发布时间：2021-01-07 来源：食品安全标准与监测评估司

2020年 第9号

根据《食品安全法》规定，审评机构组织专家对蝉花子实体（人工培植）等3种新食品原料、 $\beta$ -淀粉酶等5种食品添加剂新品种和1,3,5-三（2,2-二甲基丙酰胺）苯等7种食品相关产品新品种的安全性评估材料审查并通过。

特此公告。

附件：

蝉花子实体（人工培植）等3种新食品原料、 $\beta$ -淀粉酶等5种食品添加剂新品种和1,3,5-三（2,2-二甲基丙酰胺）苯等7种食品相关产品新品种公告文本

国家卫生健康委  
2020年12月28日

相关链接：[解读《关于蝉花子实体（人工培植）等15种“三新食品”的公告》](#)



### 三、食品营养强化剂新品种

#### (一) 维生素 K<sub>2</sub> (合成法)

序号	名称	食品分类号	食品类别(名称)	使用量
1	维生素 K <sub>2</sub> (合成法)	01.03.02	调制乳粉(仅限儿童用乳粉)	420 μg/kg-750 μg/kg
			调制乳粉(仅限孕妇用乳粉)	340 μg/kg-680 μg/kg

# 食品营养强化剂新品种维生素 K<sub>2</sub>（合成法）质量规格要求

## 1 范围

本质量规格要求规定了以七烯萜醇、维生素 K<sub>3</sub> 为主要原料，通过选择性化学合成反应，以及蒸馏、萃取、柱层析、重结晶、干燥及筛分等步骤制备的侧链双键全反式构型的食品添加剂维生素 K<sub>2</sub> 纯品及以纯品配制的油剂产品。

## 2 分类

### 2.1 维生素 K<sub>2</sub> 纯品

维生素 K<sub>2</sub> 纯品的主要成分为维生素 K<sub>2</sub> 族的七烯甲萜醌（简称：MK-7）。

### 2.2 维生素 K<sub>2</sub> 油剂

维生素 K<sub>2</sub> 油剂的主要成分为维生素 K<sub>2</sub> 族的七烯甲萜醌（简称：MK-7）与辅料植物油或辛、癸酸甘油酯（MCT）。

## 3 主要成分的化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

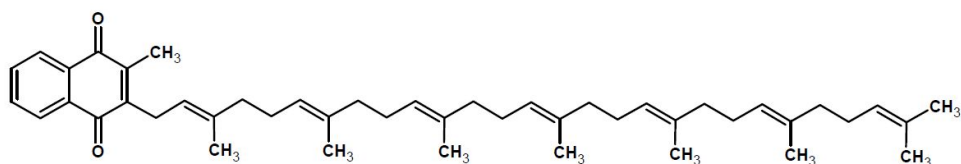
### 3.1 化学名称

（全-E）-2-（3,7,11,15,19,23,27-七甲基-2,6,10,14,18,22,26-二十八碳七烯基）-3-甲基-1,4-萜醌。

### 3.2 分子式



### 3.3 结构式



### 3.3 相对分子质量

649.02 (按2018年国际相对原子质量)

## 4 技术要求

### 4.1 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
	维生素K <sub>2</sub> 纯品	维生素K <sub>2</sub> 油剂	
色泽	黄色	淡黄色至黄色	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、状态，嗅其气味。
状态	粉末，无肉眼可见杂质	澄清或微混浊油状液体，无肉眼可见杂质	
气味	无臭		

### 4.2 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
	维生素K <sub>2</sub> 纯品	维生素K <sub>2</sub> 油剂	
维生素 K <sub>2</sub> 的含量，w/%	98.0-102	≥0.15	附录 A 中 A.3
维生素 K <sub>2</sub> 顺式异构体含量，w/% ≤	1.0	-	附录 A 中 A.4
熔点，℃	53-55	-	GB/T 617
水分，w/% ≤	0.5	-	GB 5009.3
灰分，w/% ≤	0.1	-	GB 5009.4
酸价，mg KOH/g ≤	-	3.0	GB 5009.229
过氧化值，g/100g ≤	-	0.25	GB 5009.227
铅 (Pb)，mg/kg ≤	2.0	0.1	GB 5009.12
总砷 (As)，mg/kg ≤	1.0	0.1	GB 5009.11
总汞 (Hg)，mg/kg ≤	0.3	0.05	GB 5009.17

注:

1. 维生素 K<sub>2</sub> 含量以七烯甲萘醌含量标示。
2. 商品化的维生素 K<sub>2</sub> (合成法) 产品应以符合本标准的维生素 K<sub>2</sub> 纯品为原料, 可添加符合相应标准的食用植物油、淀粉、麦芽糊精、β-环糊精、蔗糖、中链甘油三酯、微晶纤维素、阿拉伯胶、磷酸氢钙、抗氧化剂、抗结剂、增稠剂等辅料而制成。

### 4.3 微生物指标

应符合表 3 的规定。

表3 微生物指标

项目		指标		检验方法
		维生素K <sub>2</sub> 纯品	维生素K <sub>2</sub> 油剂	
菌落总数/(CFU/g)	≤	1000	1000	GB 4789.2
大肠菌群/(MPN/g)	≤	0.92	0.43	GB 4789.3
霉菌和酵母/(CFU/g)	≤	50		GB 4789.15
金黄色葡萄球菌/25g		不得检出		GB 4789.10
沙门氏菌/25g		不得检出		GB 4789.4

## 附录A

### 维生素 K<sub>2</sub>（合成法）检验方法

#### A.1 一般规定

本方法要求所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682中规定的一级水。试验中所用标准溶液和其他所需溶液，在没有注明其他要求时，均按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的规定制备。

#### A.2 鉴别试验

在维生素K<sub>2</sub>含量测定项下记录的色谱图中，试样溶液主峰的保留时间应与对照品溶液主峰的保留时间一致。色谱图见附录B.2。

#### A.3 维生素 K<sub>2</sub>含量的测定

##### A.3.1 原理

试样用异丙醇溶解，使用反相高效液相色谱分离，紫外检测器检测，与对照品的保留时间比较定性，外标法定量，测定试样中维生素K<sub>2</sub>的含量。

##### A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 甲醇：色谱级。

A.3.2.2 异丙醇。

A.3.2.3 维生素 K<sub>2</sub>对照品：七烯甲萘醌（MK-7），分子式：C<sub>46</sub>H<sub>64</sub>O<sub>2</sub>，CAS号：2124-57-4，纯度≥99%。

##### A.3.3 仪器和设备

A.3.3.1 高效液相色谱仪，附紫外检测器。

A.3.3.2 十万分之一电子天平。

A.3.3.3 超声波清洗器。

#### A.3.4 参考色谱条件

推荐的色谱柱和操作条件如下所述，其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱条件均可使用。

A.3.4.1 色谱柱：不锈钢十八烷基硅烷键合硅胶色谱柱，柱长 15 cm，柱内径 4.6 mm，粒径 5  $\mu\text{m}$ 。

A.3.4.2 流动相：甲醇。

A.3.4.3 流速：1.0 mL/min。

A.3.4.4 检测波长：254 nm。

A.3.4.5 柱温：50 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.3.4.6 进样量：20  $\mu\text{L}$ 。

#### A.3.5 分析步骤

##### A.3.5.1 对照品溶液的制备

避光操作。准确称取维生素 K<sub>2</sub> 对照品约 10 mg，精确至 0.01 mg，置于 100 mL 棕色容量瓶中，加异丙醇 50 mL，在 50 $^{\circ}\text{C}$  水浴中超声溶解 10 min，冷却至室温，加异丙醇稀释至刻度，摇匀，过 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜，得到维生素 K<sub>2</sub> 对照品溶液。

##### A.3.5.2 试样溶液的制备

避光操作。准确称取维生素 K<sub>2</sub> 纯品试样约 10 mg，精确至 0.01 mg，置于 100 mL 棕色容量瓶中，加异丙醇 50 mL，在 50 $^{\circ}\text{C}$  水浴中超声溶

解 10 min，冷却至室温，加异丙醇稀释至刻度，摇匀，过 0.45 μm 滤膜，待测。

避光操作。准确称取维生素 K<sub>2</sub> 油剂试样约 7 g，精确至 0.01 mg，置于 100 mL 棕色容量瓶中，加异丙醇 50 mL，在 50℃ 水浴中超声溶解 10 min，冷却至室温，加异丙醇稀释至刻度，摇匀，过 0.45 μm 滤膜，待测。

### A.3.5.3 系统适用性试验

理论塔板数按维生素 K<sub>2</sub> 峰计算应不小于 2500。维生素 K<sub>2</sub> 峰与相邻杂质峰的分离度应大于 1.5。

### A.3.5.4 测定

分别吸取对照品溶液和试样溶液各 20 μL，注入高效液相色谱仪分析，以保留时间定性，峰面积外标法定量。

### A.3.6 结果计算

维生素 K<sub>2</sub> 含量（以 C<sub>46</sub>H<sub>64</sub>O<sub>2</sub> 计，干基计）的质量分数  $w_1$ ，按式 (A.1) 计算：

$$w_1 = \frac{A_1 \times m_1 \times w_2}{A_2 \times m \times (1 - w_3)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

$m$  ——试样的质量，单位为毫克 (mg)；

$m_1$  ——维生素 K<sub>2</sub> 对照品的质量，单位为毫克 (mg)；

$w_2$  ——维生素 K<sub>2</sub> 对照品的质量分数，g/100g；

$w_3$  ——试样中水分的质量分数，g/100g；

$A_1$  ——试样溶液中维生素 K<sub>2</sub> 的峰面积；

$A_2$ ——对照品溶液中维生素  $K_2$  的峰面积。

实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算术平均值的 10%。

#### A.4 维生素 $K_2$ 顺式异构体含量的测定

试样用溶剂四氢呋喃、乙醇溶解，使用反相高效液相色谱分离，紫外检测器检测，根据相对保留时间定性，按顺式峰面积占顺式、反式峰面积总和的百分比测定试样中维生素  $K_2$  顺式异构体的含量。

##### A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 无水乙醇：色谱级。

A.4.1.2 甲醇：色谱级。

A.4.1.3 四氢呋喃：色谱级。

##### A.4.2 仪器和设备

A.4.2.1 高效液相色谱仪，附紫外检测器。

A.4.2.2 电子天平

##### A.4.3 参考色谱条件

推荐的色谱柱和操作条件如下所述，其他能达到同等分离程度的色谱柱和色谱条件均可使用。

A.4.3.1 色谱柱：L62 型填充柱，4.6 mm×25 cm，粒径 5  $\mu\text{m}$ 。

A.4.3.2 流动相：水：无水乙醇：甲醇：四氢呋喃=1：15：80：10。

A.4.3.3 流速：0.8 mL/min。

A.4.3.4 检测波长：268 nm。

A.4.3.5 柱温：25 $^{\circ}\text{C}$ 。



A.4.3.6 进样量：20  $\mu\text{L}$ 。

A.4.3.7 检测时间：至少 1.5 倍于全反式构型的维生素  $\text{K}_2$  峰的保留时间。

#### A.4.4 分析步骤

##### A.4.4.1 试样溶液的制备

称取 40 mg 维生素  $\text{K}_2$  纯品试样，置于 100 mL 棕色容量瓶中，加入 2 mL 四氢呋喃，振荡至试样溶解。用无水乙醇稀释至刻度。移取 1.0 mL 该溶液到另一 10 mL 棕色容量瓶中，用无水乙醇稀释至刻度，用 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜过滤。（注意避光，在配好之后立即进样）。

##### A.4.4.2 系统适用性试验

全反式构型的维生素  $\text{K}_2$  和顺式构型的维生素  $\text{K}_2$  的相对保留时间分别为 1.0 和 1.1。全反式构型的维生素  $\text{K}_2$  和顺式构型的维生素  $\text{K}_2$  之间的分离度不小于 1.5。

#### A.4.5 结果计算

维生素  $\text{K}_2$  顺式异构体的质量分数  $w_2$ ，按式（A.2）计算：

$$w_2 = \frac{r_c}{r_t + r_c} \times 100\% \quad \dots\dots\dots \text{(A.2)}$$

式中：

$r_c$ ——试样溶液中顺式构型维生素  $\text{K}_2$  的峰面积；

$r_t$ ——试样溶液中全反式构型维生素  $\text{K}_2$  的峰面积。

## 附录 B

### 维生素 K<sub>2</sub>（合成法）产品组成与鉴别试验图谱

B.1 维生素 K<sub>2</sub> 产品的组成如下:

B.1.1 维生素 K<sub>2</sub> 纯品

表 B.1 维生素 K<sub>2</sub> 纯品

组 分	含量 (w%)
维生素 K <sub>2</sub>	98.0-102

B.1.2 维生素 K<sub>2</sub> 油剂产品

表 B.2 维生素 K<sub>2</sub> 油剂产品组成

组 分	含量 (w%)
植物油或辛、癸酸甘油酯 (MCT)	≤ 99.85
维生素 K <sub>2</sub>	≥ 0.15

B.2 鉴别试验图谱

维生素 K<sub>2</sub> 对照品、维生素 K<sub>2</sub> 纯品及维生素 K<sub>2</sub> 油剂产品的鉴别图谱见图 B.1 ~ 图 B.3。

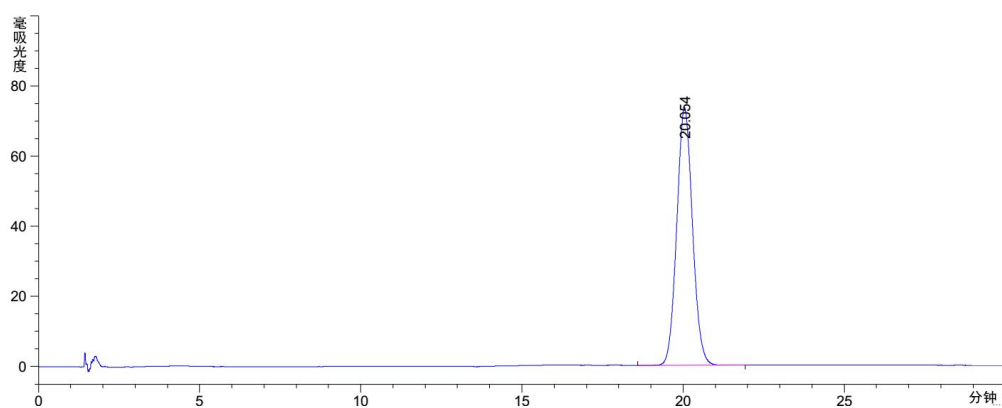


图 B.1 维生素 K<sub>2</sub> 对照品图谱

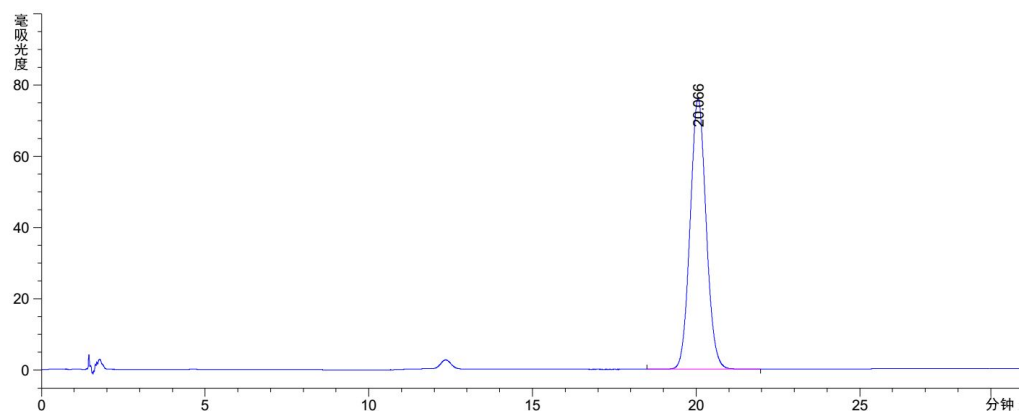


图 B.2 维生素 K<sub>2</sub> 纯品图谱

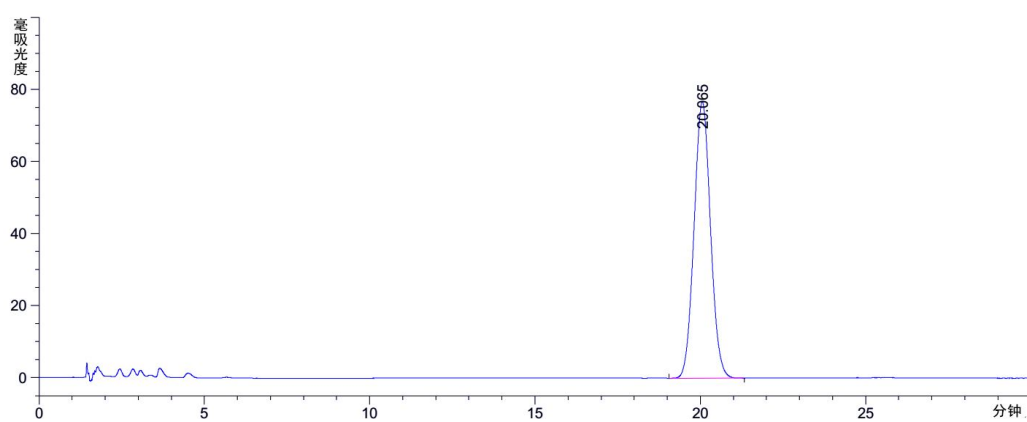


图 B.3 维生素 K<sub>2</sub> 油剂产品图谱

### 三、扩大使用范围的食品工业用加工助剂

序号	助剂中文名称	助剂英文名称	功能	使用范围
1	丁烷	butane	推进剂	焙烤食品用喷雾脱模油的加工工艺
2	磷酸（湿法）	phosphoric acid	精炼脱胶、发酵用营养物质	油脂加工工艺、发酵工艺

### 四、扩大使用范围的食品营养强化剂

序号	营养强化剂	食品分类号	食品名称	使用量	备注
1	6S-5-甲基四氢叶酸钙	13.05	除 13.01~13.04 外的其他特殊膳食用食品（仅限孕妇及乳母营养补充食品、运动营养食品）	符合《食品安全国家标准 孕妇及乳母营养补充食品》（GB 31601）和《食品安全国家标准 运动营养食品通则》（GB 24154）中关于叶酸的规定	—



# 食品安全标准与监测评估司

网站首页 | 首页 | 最新信息 | 政策文件 | 关于我们

通知公告

您现在所在位置: 首页 > 最新信息 > 风险监测 > 通知公告

## 关于α-淀粉酶等16种“三新食品”的公告

发布时间: 2021-02-20 来源: 食品安全标准与监测评估司



### 2021年 第2号

根据《食品安全法》规定, 审评机构组织专家对α-淀粉酶等10种食品添加剂新品种和氢氧化钙等6种食品相关产品新品种的安全性评估材料审查并通过。

特此公告。

附件: α-淀粉酶等10种食品添加剂新品种和氢氧化钙等6种食品相关产品新品种公告文本

国家卫生健康委

2021年2月8日

相关链接: [解读《关于α-淀粉酶等16种“三新食品”的公告》\(2021年第2号\)](#)

委机关

地方部门

直属和联系单位



联系方式 |

地址: 北京市西城区西直门外南路1号 邮编: 100044 电话: 010-68792114

中华人民共和国国家卫生健康委员会 版权所有, 不得非法镜像. ICP备案编号: 京ICP备11020874

技术支持: 国家卫生健康委员会统计信息中心



### 三、扩大使用范围的食品工业用加工助剂

序号	助剂中文名称	助剂英文名称	功能	使用范围
1	丁烷	butane	推进剂	焙烤食品用喷雾脱模油的加工工艺
2	磷酸（湿法）	phosphoric acid	精炼脱胶、发酵用营养物质	油脂加工工艺、发酵工艺

### 四、扩大使用范围的食品营养强化剂

序号	营养强化剂	食品分类号	食品名称	使用量	备注
1	6S-5-甲基四氢叶酸钙	13.05	除 13.01~13.04 外的其他特殊膳食用食品（仅限孕妇及乳母营养补充食品、运动营养食品）	符合《食品安全国家标准 孕妇及乳母营养补充食品》（GB 31601）和《食品安全国家标准 运动营养食品通则》（GB 24154）中关于叶酸的规定	—