

附件1

食品添加剂新品种 氨基乙酸（羟基乙腈法）

英文名称：Glycine（Glycolonitrile method）

功能分类：增味剂、食品用香料

（一） 用量及使用范围

用量及使用范围符合 GB2760 中氨基乙酸（又名甘氨酸）的规定。

（二） 质量规格要求

1 范围

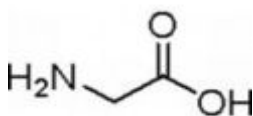
本质量规格适用于以羟基乙腈氨化、碱解制得的甘氨酸钠，经离子交换、膜脱色等工艺制得的食品添加剂氨基乙酸（羟基乙腈法）。

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

75.07(按2013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	取适量样品，置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，目视观察其色泽和状态。
状态	结晶性颗粒或结晶性粉末	

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
甘氨酸（以干基计），w/%	98.5~101.5	附录A中A.4

氯化物(以Cl计), w/%	≤	0.007	附录A中A.5
重金属(以Pb计)/(mg/kg)	≤	10	附录A中A.6
干燥减量, w/%	≤	0.20	附录A中A.7
灼烧残渣, w/%	≤	0.10	附录A中A.8
澄清度试验		通过试验	附录A中A.9
pH值(50g/L水溶液)		5.5~7.0	附录A中A.10
氨三乙胺, w/%	≤	0.05	附录A中A.11
亚氨基三乙胺, w/%	≤	0.05	附录A中A.12
硫酸盐(以SO ₄ 计), w/%	≤	0.01	附录A中A.13
砷(As)/(mg/kg)	≤	1	GB 5009.76

附录 A

检验方法

A.1 安全提示

本质量规格的检验方法中使用的部分试剂具有毒性或者腐蚀性,操作时应采取适当的安全和防护措施。

A.2 一般规定

本质量规格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。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂和制品,试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时,均指水溶液;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。

A.3 鉴别试验

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 茚三酮溶液: 1g/L。

称取1.0 g茚三酮,溶于水,稀释至1000 mL。

A.3.1.2 盐酸溶液: 1+3。

A.3.1.3 亚硝酸钠溶液: 100g/L。

称取100 g亚硝酸钠,溶于水,稀释至1000mL。

A.3.1.4 变色酸溶液

称取0.5 g变色酸,加50 mL硫酸(2+1)溶解,摇匀,离心分离,使用上层清液。本溶液需使用前配制。

A.3.2 分析步骤

A.3.2.1 茚三酮试验

称取约0.1g实验室样品(精确至0.01g),溶于100 mL水中,取此溶液5mL,加茚三酮溶液1mL,加热至沸约3min内显紫色。

A.3.2.2 亚硝基试验

称取约1g实验室样品(精确至0.01g),溶于10mL水中,取此溶液5mL,加5滴盐酸溶液和1mL新配制的亚硝酸钠溶液,产生无色气体。取反应后剩余溶液5滴滴入试管中,煮沸后在水浴上蒸干,冷却,向残留物中加5~6滴变色酸溶液,在水浴中加热约10min后显深紫色。

A.4 甘氨酸含量的测定

A.4.1 方法提要

试样以甲酸为助溶剂,以冰乙酸为溶剂,以结晶紫为指示剂,用高氯酸标准溶液滴定,根据消耗高氯酸标准滴定溶液的体积计算甘氨酸的含量。

A.4.2 试剂和材料

- A. 4. 2. 1 冰乙酸：分析纯。
- A. 4. 2. 2 无水甲酸：分析纯。
- A. 4. 2. 3 高氯酸标准溶液： $c(\text{HClO}_4)=0.1\text{mol/L}$ 。
- A. 4. 2. 4 结晶紫指示剂：2g/L冰醋酸溶液。称取0.2g结晶紫，溶于冰醋酸中，稀释至100mL。

A. 4. 3 分析步骤

称取约0.15g（精确至0.0001g）A. 7. 1 中干燥物A试样，置于250mL干燥的锥形瓶中，加约2mL无水甲酸溶解，加30 mL冰乙酸，加2滴结晶紫指示液，用0.1mol/L高氯酸标准滴定溶液滴定至溶液由紫色变为绿色为终点。

在测定的同时，按相同的测定步骤，对不加试样而使用相同数量的试剂溶液做空白试验。

A. 4. 4 结果计算

甘氨酸含量（以干基计）的质量分数 w_1 ，数值以%表示，按公式（A. 1）计算：

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

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 ——空白试验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的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——试料的质量，单位为克（g）；

M ——甘氨酸的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=75.07$ ）。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准（保留1位小数）。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0.3%。

A. 5 氯化物（以Cl计）的测定

A. 5. 1 试剂和材料

A. 5. 1. 1 硝酸溶液：1+9。

A. 5. 1. 2 硝酸银溶液：17g/L。

A. 5. 1. 3 氯化物（Cl）标准溶液：0.1mg/mL。

氯化物（Cl）标准溶液：称取氯化钠0.165g，置1000mL容量瓶中，加水适量使溶解并稀释至刻度，摇匀，作为贮备液，该贮备液浓度0.1mg/mL。

临用前，精密量取储备液10mL置100mL容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，即得氯化物标准溶液（每1mL相当于0.010mgCl）。

A. 5. 2 分析步骤

称取约1.0g实验室样品，精确至0.01g，置于50mL比色管中，加30mL水溶解，作为试验溶液，加6mL硝酸溶液酸化试验溶液，再加1mL硝酸银溶液，加水至50mL，摇匀，放置10min，所呈浊度与标准比浊溶液比较。

标准比浊溶液制备：精密吸取氯化物标准溶液7mL，置于50mL比色管中，稀释至与试验溶液相同体积，与同体积试验溶液同时同样处理。

A. 5. 3 结果判断

将试验溶液比色管和标准比浊溶液比色管同置于黑色背景上，在自然光下，自上向下观察，其浊度不得大于标准比浊溶液。

A. 6 重金属（以Pb计）的测定

A. 6. 1 试剂和材料

A. 6. 1. 1 氢氧化钠溶液：43g/L。

A. 6. 1. 2 硫化钠溶液：100g/L，本溶液需使用前配制。

A. 6. 1. 3 铅（Pb）标准溶液：0.01mg/mL。

A. 6. 2 分析步骤

称取约1.0g实验室样品，精确至0.01g，置于25mL比色管中，加5mL氢氧化钠溶液，加水溶解并稀释至25mL，加5滴硫化钠溶液，摇匀，放置2min，所呈颜色不得深于标准。标准是精密吸取1mL铅（Pb）标准溶液（含铅0.01mg），与试样同时同法处理。

A. 7 干燥减量的测定

A. 7. 1 分析步骤

称取约1.0g实验室样品，精确至0.0001g，置于预先在105℃±2℃干燥至恒重的称量瓶中，平铺，厚度小于5mm，在105℃±2℃的恒温干燥箱中干燥3 h，置于干燥器中冷却30 min称量。保留干燥物（此为干燥物A）用作甘氨酸含量的测定。

A. 7. 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：

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

式中：

m ——干燥前试料的质量，单位为克(g)；

m_1 ——干燥后试料的质量，单位为克(g)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.02%。

A. 8 灼烧残渣的测定

A. 8. 1 试剂和材料

A. 8. 1. 1 硫酸：分析纯。

A. 8. 1. 2 硫酸溶液：1+8。

A. 8. 2 分析步骤

称取2~3g实验室样品，精确至0.0001g，置于预先在800℃±25℃灼烧至恒重的瓷坩埚中，加入适量的硫酸溶液将样品完全浸湿。用小火加热缓缓至样品完全炭化，冷却。加约0.5mL硫酸浸湿残渣，低温加热至硫酸蒸气逸尽。在800℃±25℃灼烧45min。放入干燥器中冷却至室温，称量。

A. 8. 3 结果计算

灼烧残渣的质量分数 w_3 ，数值以%表示，按公式（A. 3）计算：

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

式中：

m ——试料的质量，单位为克（g）；

m_1 ——残渣的质量，单位为克（g）。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.01%。

A. 9 澄清度试验

A. 9. 1 方法提要

将试样溶于水，与标准比浊溶液进行比较。

A. 9. 2 试剂和材料

A. 9. 2. 1 硝酸溶液：1+2。

A. 9. 2. 2 糊精溶液：20g/L。

A. 9. 2. 3 硝酸银溶液：20g/L。

A. 9. 2. 4 浊度标准溶液：含氯（Cl）0. 01mg/mL。

量取 $c(\text{HCl}) = 0. 1000\text{mol/L}$ 盐酸标准溶液14. 10mL $\pm 0. 02\text{mL}$ ，置于50 mL容量瓶中，稀释至刻度。量取该溶液10. 0mL $\pm 0. 02\text{mL}$ 于1000mL容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。

A. 9. 3 分析步骤

称取1. 0g 实验室样品，准确至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. 20mL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。

在自然光下，自上向下观察，试验溶液的浊度不得大于标准比浊溶液的浊度。

A. 10 pH值的测定

按GB/T 9724的规定进行。测定时，称取约1. 0g 实验室样品，准确至 0. 01g，加20mL无二氧化碳的水，溶解混匀后进行测定。

A. 11 氨三乙酸的测定

A. 11. 1 方法提要

在pH=1. 6~2. 0时，氨三乙酸与 Fe^{3+} 离子定量络合，以磺基水杨酸为指示剂，用硫酸铁铵标准滴定溶液滴定至溶液微紫红色。

A. 11. 2 试剂和材料

A. 11. 2. 1 硫酸：分析纯。

A. 11. 2. 2 磷酸：分析纯。

A. 11. 2. 3 盐酸溶液：6mol/L。

A. 11. 2. 4 氯化亚锡溶液：400g/L。

A. 11. 2. 5 硫磷混酸：取硫酸150mL，缓缓加入700mL水中，冷却后再加入150mL磷酸，混匀。

A. 11. 2. 6 二苯胺磺酸钠指示液：5g/L。

A. 11. 2. 7 磺基水杨酸指示液：10g/L。

A. 11. 2. 8 硫酸铁铵标准滴定溶液：0. 05mol/L

A. 11. 2. 8. 1 配制

称取硫酸铁铵 $[\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 24. 1g，加水500mL，缓缓加入硫酸40mL，加热使其溶解，冷却，用水稀释至1000mL，混匀。

A. 11. 2. 8. 2 标定

精密吸取上述硫酸铁铵溶液25mL于锥形瓶中，加盐酸溶液10mL，加热至近沸，滴加氯化亚锡溶液至无色，再过量1~2滴，在流水中冷却，加入氯化汞饱和溶液10mL，摇匀，放置2~3min，再加入硫磷混酸10mL，加水至100mL，加二苯胺磺酸钠指示液4滴，用重铬酸钾标准溶液 $(\frac{1}{6} \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0. 05\text{mol/L}$ 滴定至溶液呈稳定紫色。

硫酸铁铵标准滴定溶液浓度（单位mol/L）：

$$c[\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2] = \frac{c_1 V_1}{V}$$

式中：

c_1 ——重铬酸钾标准溶液的浓度，单位摩尔每升（mol/L）；

V_1 ——消耗的重铬酸钾标准溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

V ——硫酸铁铵溶液的体积，单位为毫升（mL）。

A. 11.3 分析步骤

称取10g实验室样品，精确至0.001g，置于250mL烧杯中，加入100mL温度为 50℃~55℃的水使溶解，加盐酸溶液17mL，磺基水杨酸指示液1mL，在40℃~50℃时，用硫酸铁铵标准滴定溶液(A. 11. 2. 8)滴定至溶液刚显微紫红色，硫酸铁铵标准滴定溶液用量不超过0.5mL。

A. 12 亚氨基二乙酸的测定

A. 12.1 方法提要

实验室样品用流动相溶解，以pH=2.2的磷酸二氢钾水溶液和乙腈为流动相，使用强阴离子交换柱和紫外检测器（195nm），对实验室样品中的亚氨基二乙酸进行高效液相色谱分离和测定，外标法定量。

A. 12.2 试剂和材料

A. 12.2.1 乙腈：色谱纯。

A. 12.2.2 磷酸二氢钾：分析纯。

A. 12.2.3 水：一级水。

A. 12.2.4 磷酸：分析纯。

A. 12.2.5 磷酸溶液：50%。

A. 12.2.6 亚氨基二乙酸标准品：已知亚氨基二乙酸质量分数 $\geq 98.0\%$ 。

A. 12.3 仪器

A. 12.3.1 高效液相色谱仪：具有可变波长紫外检测器。

A. 12.3.2 色谱数据处理机。

A. 12.3.3 色谱柱：250mm \times 4.6mm，SAX 5 μ m不锈钢柱。（或效果与其相当的强阴离子交换柱）。

A. 12.3.4 过滤器：滤膜孔径约0.45 μ m。

A. 12.3.5 定量管：20 μ L。

A. 12.3.6 进样器：50 μ L或100 μ L。

A. 12.3.7 超声波清洗器。

A. 12.4 高效液相色谱操作条件

A. 12.4.1 流动相：称取2.72g磷酸二氢钾，用800mL水溶解，用磷酸溶液调pH=2.2，加入200mL乙腈，滤膜过滤后超声波震荡10min。

A. 12.4.2 流速：1.0 mL/min

A. 12.4.3 柱温：室温（温差变化应不大于2℃）

A. 12.4.4 检测波长：195nm

A. 12.4.5 进样体积：20 μ L

亚氨基二乙酸保留时间：约4~5min。

上述操作参数是典型的，可根据不同仪器和色谱柱特点作适当调整，以获得最佳效果。典型的甘氨酸样品中亚氨基二乙酸液相色谱图见图A. 1。



图 A.1 甘氨酸样品溶液高效液相色谱图

注：图中 1—亚氨基二乙酸

A.12.5 分析步骤

A.12.5.1 标样溶液的制备

称取亚氨基二乙酸标准品0.05g，精确至0.0001g，置于100mL容量瓶中，用流动相溶解并稀释至刻度，摇匀。准确吸取2mL于50mL容量瓶中，用流动相稀释至刻度，摇匀。

A.12.5.2 实验室样品溶液制备

称取实验室样品2.5g，精确至0.0001g，置于100mL容量瓶中，加入流动相溶解并稀释至刻度，摇匀。

A.12.5.3 测定

按本方法规定的操作条件，待仪器稳定后，依次注入标样溶液、实验室样品溶液。

A.12.6 结果计算

亚氨基二乙酸的质量分数 w_4 ，数值以%表示，按式(A.4)计算：

$$w_4 = \frac{A \times \frac{m_1}{100} \times \frac{2}{50} \times P_1}{A_1 \times \frac{m}{100}} \dots\dots\dots(A.4)$$

式中：

A_1 ——标样溶液中亚氨基二乙酸峰面积；

A ——实验室样品溶液中亚氨基二乙酸的峰面积；

m_1 ——亚氨基二乙酸标准品的质量，单位为克（g）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）；

P_1 ——标准品亚氨基二乙酸的质量分数。

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这两个结果平均值的10%。

A.13 硫酸盐（以 SO_4 计）的测定

A.13.1 试剂和材料

A.13.1.1 盐酸溶液：1+2。

A.13.1.2 硫酸钾乙醇溶液：0.2g/L（将0.02g硫酸钾溶解到100mL30%的乙醇溶液中）。

A.13.1.3 氯化钡溶液：250g/L。

A.13.1.4 硫酸盐（ SO_4 ）标准溶液：称取硫酸钾0.181g，置100mL容量瓶中，加水适量使溶解并稀释至刻度、摇匀，即得（每毫升相当于100 μ g 的 SO_4 ）。

A.13.2 分析步骤

称取实验室样品2.0g，精确至0.01g，置于50mL比色管中，加40mL水溶解，作为试验溶液。用0.5mL盐酸溶液酸化试验溶液。将0.25mL硫酸钾乙醇溶液与1mL氯化钡溶液混合，放置1min后，加入到上述已酸化的试验溶液中，并稀释至50mL，摇匀，放置5min，所呈浊度与标准比浊溶液比较。

标准浊度溶液制备：精密吸取硫酸盐标准溶液2.0mL置于50mL比色管中，稀释至与试验溶液相同体积，与同体积试验溶液同时同样处理。

A.13.3 结果判断

将试验溶液比色管和标准比浊溶液比色管同置于黑色背景上，在自然光下，自上向下观察，其浊度不得大于标准比浊溶液。

附件2

食品用香料新品种 乙基芳樟基醚

英文名称: Ethyl linalyl ether

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

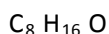
本质量规格要求适用于由芳樟醇为原料经化学反应制得的食物添加剂乙基芳樟基醚。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

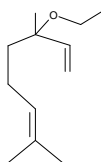
2.1 化学名称

3-乙氧基-3,7-二甲基辛-1,6-二烯

2.2 分子式



2.3 结构式



2.4 相对分子质量

182.3 (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	将试样置于比色管内, 用目测法观察
状态	液体	
香气	愉悦的花香	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
乙基芳樟基醚含量, w/% ≥	98.0	附录A
折光指数(20℃)	1.444~1.447	GB/T 14454.4
相对密度(20℃/20℃)	0.829~0.832	GB/T 11540

附录A

食品添加剂乙基芳樟基醚含量的测定

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。

食品添加剂乙基芳樟基醚气相色谱图及操作条件参见附录B。

附录B

食品添加剂乙基芳樟基醚气相色谱图及操作条件

(面积归一化法)

B.1 食品添加剂乙基芳樟基醚气相色谱图

食品添加剂乙基芳樟基醚气相色谱图见图 B.1。

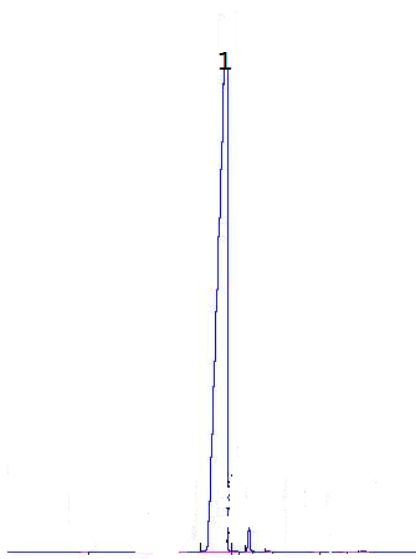


图 B.1 食品添加剂乙基芳樟基醚气相色谱图

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 μ m。

B.2.4 色谱炉温度：75 $^{\circ}$ C恒温4 min，然后线性程序升温从75 $^{\circ}$ C至225 $^{\circ}$ C，速率2 $^{\circ}$ C/min，最后在220 $^{\circ}$ C恒温8 min。

B.2.5 进样口温度：250 $^{\circ}$ C。

B.2.6 检测器温度：250 $^{\circ}$ 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：0.06MPa。
 - B.2.10 进样量：0.1 μ L。
 - B.2.11 分流比：75:1。
-

附件3

食品添加剂 β -胡萝卜素扩大使用范围

名称	功能	食品分类号	食品名称	最大使用量 (g/kg)	备注
β -胡萝卜素	着色剂	08.02.01	调理肉制品(生肉添加调料)	0.02	—