



中华人民共和国国家标准

GB 1886.242—2016

食品安全国家标准 食品添加剂 甘草酸铵

2016-08-31 发布

2017-01-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

食品安全国家标准

食品添加剂 甘草酸铵

1 范围

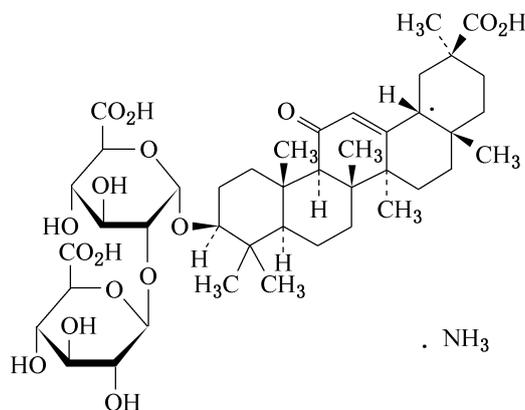
本标准适用于原料为甘草(豆科植物甘草 *Glycyrrhiza uralensis* Fisch.、胀果甘草 *Glycyrrhiza inflata* Bat.及光果甘草 *Glycyrrhiza glabra* L.),经水浸提、硫酸(或盐酸)酸化沉淀、乙醇浸提、氨化、结晶等工艺制得食品添加剂甘草酸铵。

2 化学名称、结构式、分子式、相对分子质量

2.1 化学名称

甘草酸铵

2.2 结构式



2.3 分子式



2.4 相对分子质量

839.96(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、黄白色或浅黄色	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	粉末状细小颗粒	

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
甘草酸铵含量(以 18 β -甘草酸铵计,以干基计), $w/\% \geq$	65.0	附录 A 中 A.4
干燥减量, $w/\% \leq$	7.0	附录 A 中 A.3
比旋光度 $[\alpha]_D^{20}/[(^{\circ}) \cdot \text{mL} \cdot \text{dm}^{-1} \cdot \text{g}^{-1}]$	+45~+53	附录 A 中 A.5
灰分, $w/\% \leq$	0.5	附录 A 中 A.6
铅(Pb)/(mg/kg) \leq	2.0	附录 A 中 A.7
总砷(以 As 计)/(mg/kg) \leq	2.0	附录 A 中 A.8

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 规定的三级水。试验中所用标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,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 方法提要

铵盐遇强碱后产生氨,利用氨的挥发性和碱性能使试管上方湿润的 pH 试纸显碱性颜色的特性,鉴别铵盐的存在。

A.2.2 试剂和材料

A.2.2.1 氢氧化钠溶液:40 g/L。

A.2.2.2 pH 试纸。

A.2.3 鉴别方法

取约 0.2 g 甘草酸铵试样于 10 mL 试管中,加入约 1 mL 氢氧化钠溶液(A.2.2.1),振摇,迅速将已用水湿润的 pH 试纸放入试管口,产生并挥发出的氨能使湿润的 pH 试纸显碱性颜色。

注:如加热溶液,显色反应更加明显。

A.3 干燥减量的测定

A.3.1 仪器和设备

A.3.1.1 真空干燥箱。

A.3.1.2 称量瓶。

A.3.1.3 干燥器。

A.3.2 操作步骤

将称量瓶放入真空干燥箱内,78 °C ± 0.5 °C,20 mm Hg 条件下干燥 30 min,取出后放入干燥器内,冷却至室温,称重。称取 1 g 试样,精确至 0.000 1 g,盖好瓶塞,称重。轻轻地水平横向摇动称量瓶,尽可能均匀分布试样层,厚度不超过 5 mm。将铺好试样的称量瓶放入真空干燥箱内,打开瓶塞,在 78 °C ± 0.5 °C,20 mm Hg 条件下,减压干燥 6 h,取出放入干燥器内,盖好瓶塞,冷却至室温,称重。

A.3.3 结果计算

干燥减量的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

$$\omega_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

m_1 ——减压干燥前试样加称量瓶的质量,单位为克(g);

m_2 ——减压干燥后试样加称量瓶的质量,单位为克(g);

m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

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1.0%。

A.4 甘草酸铵含量(以18 β -甘草酸铵计,以干基计)的测定

A.4.1 方法提要

试样经乙腈-水溶液溶解,过滤,用液相色谱仪(紫外检测器)测定,外标法定量。计算结果时,试样质量为试样称量质量减去试样中水分质量,结果为以干基(C₄₂H₆₅NO₁₆)计的甘草酸铵的质量分数。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 乙腈:色谱级。

A.4.2.2 冰乙酸:优级纯。

A.4.2.3 0.45 μ m 滤膜(有机相)。

A.4.2.4 甘草酸铵标准品:纯度 \geq 90%(或有HPLC标识)。

注1:本方法使用的甘草酸铵标准品为18 β -甘草酸铵单一组分的标准品。

注2:非水滴定法(NT)或其他非HPLC含量测定方法标识的标准品,其含量值不能直接用于液相色谱法计算含量。

A.4.2.5 乙腈-水溶液:乙腈和水等体积混合。

A.4.2.6 乙腈-冰乙酸-水溶液:乙腈+冰乙酸+水(38+1+61),混匀,并经0.45 μ m 滤膜(有机相)过滤,充分脱气。

A.4.3 仪器

A.4.3.1 高效液相色谱仪,配有紫外检测器。

A.4.3.2 天平,感量0.01 mg。

A.4.3.3 真空干燥箱。

A.4.4 分析步骤

A.4.4.1 标准溶液配制

称取12.5 mg甘草酸铵标准品,精确至0.01 mg,置于25 mL容量瓶中,用乙腈-水溶液(A.4.2.5)溶解,并定容至刻度。经0.45 μ m 滤膜(有机相)过滤。现用现配。

A.4.4.2 试样溶液制备

称取50.0 mg甘草酸铵试样,精确至0.01 mg,置于100 mL容量瓶中,用乙腈-水溶液(A.4.2.5)溶解,定容至刻度,经0.45 μ m 滤膜(有机相)过滤,待测。

A.4.4.3 参考色谱条件

A.4.4.3.1 色谱柱:C₁₈柱,长150 mm,内径4.6 mm,粒径5 μ m。或等效分离效果的色谱柱。

A.4.4.3.2 流动相:乙腈-冰乙酸-水溶液(A.4.2.6)。

A.4.4.3.3 流速:1.0 mL/min。

A.4.4.3.4 柱温:室温。

A.4.4.3.5 进样量:10 μL 。

A.4.4.4 测定

依次注射甘草酸铵标准溶液和试样溶液,在波长 254 nm 处测定,外标法定量。甘草酸铵高效液相色谱图及保留时间参见附录 B。

A.4.5 结果计算

甘草酸铵含量(以 18 β -甘草酸铵计,以干基计)的质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算:

$$w_2 = \frac{V \times c_s \times A}{m_3 \times (1 - w_1) \times A_s} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

V ——试样定容体积,单位为毫升(mL);

c_s ——甘草酸铵标准溶液浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

A ——试样溶液色谱图中甘草酸铵的峰面积;

m_3 ——试样质量的数值,单位为毫克(mg);

w_1 ——试样干燥减量的质量分数,%;

A_s ——标准溶液色谱图中甘草酸铵的峰面积。

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,不大于算术平均值的 5%。

A.5 比旋光度的测定

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 无水乙醇。

A.5.1.2 40%乙醇-水溶液:取 2 份乙醇和 3 份水混合。

A.5.2 仪器和设备

旋光光度计,测量最小分度值 0.05°。

A.5.3 分析步骤

A.5.3.1 试样溶液制备

称取 1.5 g(精确至 0.01 g)未干燥处理的试样,溶于 100 mL 乙醇-水溶液(A.5.1.2)中,待测。

A.5.3.2 仪器条件

A.5.3.2.1 测量波长:钠光灯 D 线(589.3 nm)。

A.5.3.2.2 测量温度:20 $^{\circ}\text{C} \pm 0.5$ $^{\circ}\text{C}$ 。

A.5.3.3 测定

开机待仪器稳定后,用乙醇-水溶液(A.5.1.2)作空白溶液,校正仪器零点(不能自动调零的仪器,需测定溶液空白值,减扣空白),将试液充满洁净、干燥的旋光管中,小心排除气泡,将盖旋紧后按仪器说明书操作、测定,在试样溶液温度 20 $^{\circ}\text{C} \pm 0.5$ $^{\circ}\text{C}$ 条件下,读取旋光度值。左旋以负号“—”表示,右旋以正号“+”表示。

A.5.4 结果计算

比旋光度以 $[\alpha]_D^{20}$ 表示,数值以“(°)·mL·dm⁻¹·g⁻¹”计,按式(A.3)计算。

$$[\alpha]_D^{20} = \frac{\alpha \times 100}{l \times (m_4 - m_4 \times w_1)} \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

- α —— 试样溶液测得的旋光度,单位为度(°);
- 100 —— 溶解甘草酸铵试样的乙醇-水溶液的体积,单位为毫升(mL);
- l —— 旋光管长度,单位为分米(dm);
- m_4 —— 称取甘草酸铵试样的质量,单位为克(g);
- w_1 —— 试样干燥减量的质量分数, %。

取三次平行测定结果的算术平均值为测定结果,保留至整数位。

A.6 灰分的测定

A.6.1 仪器和设备

高温炉。

A.6.2 分析步骤

称取 3 g 试样(精确至 0.000 1 g),置于已恒重的 100 mL 瓷坩埚中,小火炭化至无烟。移至 550 °C ± 25 °C 高温炉中灼烧,直到试样完全灰化(约 3 h),干燥器中冷至室温,称重,重复灼烧直至恒重(前后两次称量之差不超过 0.5 mg)。

A.6.3 结果计算

灰分的质量分数 w_3 ,按式(A.4)计算:

$$w_3 = \frac{m_5 - m_6}{m_7} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

- m_5 —— 灼烧后坩埚加灰分的质量,单位为克(g);
- m_6 —— 坩埚的质量,单位为克(g);
- m_7 —— 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(保留 2 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 0.1%。

A.7 铅(Pb)的测定

铅含量按 GB 5009.12 中的方法测定,试样经干法灰化。

A.8 总砷(以 As 计)的测定

砷含量按 GB 5009.11 中的方法测定。

附录 B

甘草酸铵液相色谱图和各组分参考保留时间

甘草酸铵液相色谱图见图 B.1、图 B.2。

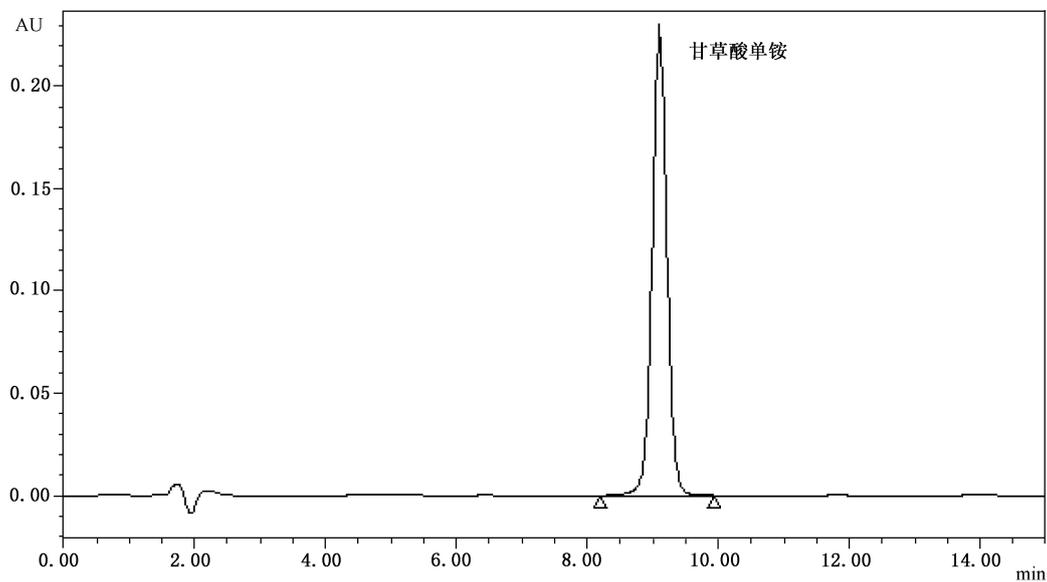


图 B.1 甘草酸铵标准品(18 β -甘草酸铵)液相色谱图

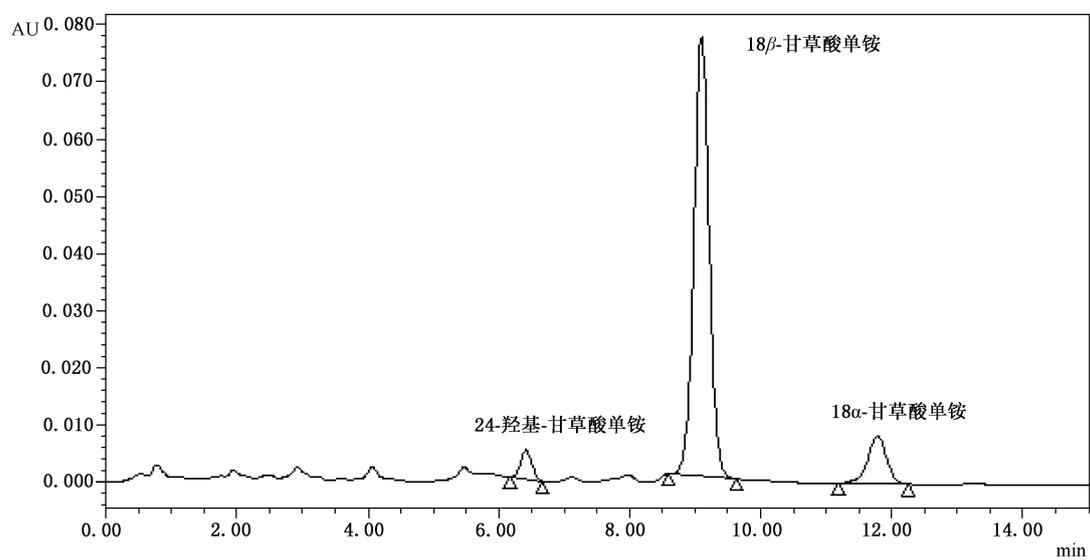


图 B.2 甘草酸铵试样液相色谱图