



中华人民共和国国家标准

GB 1903.20—2016

食品安全国家标准

食品营养强化剂 硝酸硫胺素

2016-12-23 发布

2017-06-23 实施

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会
国家食品药品监督管理总局 发布

食品安全国家标准

食品营养强化剂 硝酸硫胺素

1 范围

本标准适用于以丙烯腈或丙二腈等为主要原料经化学合成法制得食品营养强化剂硝酸硫胺素。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

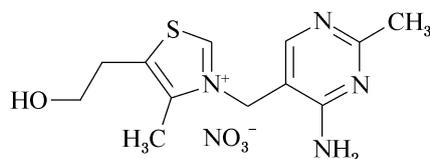
2.1 化学名称

4-甲基-3-[(2-甲基-4-氨基-5-嘧啶基)甲基]-5-(2-羟基乙基)噻唑鎓硝酸盐

2.2 分子式

$C_{12}H_{17}N_5O_4S$

2.3 结构式



2.4 相对分子质量

327.37(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	要 求	检 验 方 法
色泽	白色或类白色	取约 2 g 试样置于清洁、干燥的白皿中,在自然光线下,观察其色泽和状态,嗅其气味
气味	无臭或有轻微特异性臭味	
状态	粉末或结晶性粉末	

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
硝酸硫胺素(C ₁₂ H ₁₇ N ₅ O ₄ S,以干基计)含量,w/%	≥ 98.0	附录 A 中 A.4
pH(20g/L)	6.0~7.5	GB/T 23769
干燥失重,w/%	≤ 1.0	附录 A 中 A.5
灼烧残渣,w/%	≤ 0.1	附录 A 中 A.6
氯化物(以 Cl 计),w/%	≤ 0.06	附录 A 中 A.7
硫酸盐(以 SO ₄ 计),w/%	≤ 0.011	附录 A 中 A.8
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 1.0	GB 5009.12
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 1.0	GB 5009.11

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/T 6682 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/T 601、GB/T 603 的规定制备。

A.3 鉴别试验

A.3.1 溶解性试验

略溶于水,微溶于甲醇。

A.3.2 硫酸亚铁显色

A.3.2.1 试剂和材料

A.3.2.1.1 硫酸。

A.3.2.1.2 硫酸亚铁溶液:取 8 g 硫酸亚铁($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$),加 100 mL 新沸过的冷水使之溶解,摇匀,现用现配。

A.3.2.2 操作步骤

取试样约 10 mg,置试管中,加水 1 mL 使溶解,加等量的硫酸,混合,放冷后,沿管壁加硫酸亚铁溶液,使成两液层,液接界面显棕色。

A.3.3 醋酸铅显色

A.3.3.1 试剂和材料

A.3.3.1.1 醋酸铅。

A.3.3.1.2 醋酸铅溶液:取醋酸铅 10 g,加新沸过的冷水溶解后,滴加醋酸使溶液澄清,再加新沸过的冷水定容至 100 mL,即得。

A.3.3.1.3 氢氧化钠溶液:100 g/L。

A.3.3.2 操作步骤

取试样约 5 mg,将其溶于 1 mL 醋酸铅溶液和 1 mL 氢氧化钠溶液的混合溶液,溶液显黄色,水浴加热该混合溶液数分钟,溶液变成棕色,放置后应有黑色沉淀产生。

A.3.4 荧光反应

A.3.4.1 试剂和材料

A.3.4.1.1 氢氧化钠溶液:40 g/L。

A.3.4.1.2 铁氰化钾溶液:100 g/L。

A.3.4.1.3 盐酸溶液:36.5 g/L。

A.3.4.1.4 正丁醇。

A.3.4.2 操作步骤

取试样约 5 mg,加 2.5 mL 氢氧化钠溶液溶解后,加入 0.5 mL 铁氰化钾溶液和 5 mL 正丁醇,强烈振摇 2 min,放置使其分层,上层呈强烈的蓝色荧光。加入约 1 mL 盐酸溶液后,荧光消失;再加入约 3 mL 氢氧化钠溶液后,荧光又显出。

A.4 硝酸磺胺素($C_{12}H_{17}N_5O_4S$,以干基计)含量的测定

A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 无水甲酸。

A.4.1.2 乙酸酐。

A.4.1.3 高氯酸标准滴定溶液: $c(HClO_4)=0.1$ mol/L。

A.4.2 分析步骤

称取约 0.14 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于锥形瓶中,加 5 mL 无水甲酸使溶解,加 70 mL 乙酸酐,按照电位滴定法,用高氯酸标准滴定溶液滴定,并将滴定结果用空白试验校正。

A.4.3 结果计算

硝酸磺胺素($C_{12}H_{17}N_5O_4S$,以干基计)含量的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{(V - V_0) \times c \times M}{m \times (1 - w_2) \times 1\,000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

V ——样品消耗高氯酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗高氯酸标准滴定溶液的体积,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 ——硝酸磺胺素($\frac{1}{2}C_{12}H_{17}N_5O_4S$)的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\frac{1}{2}C_{12}H_{17}N_5O_4S) = 163.7$ g/mol];

m ——试样的质量,单位为克(g);

w_2 ——A.5 测得的干燥失重,%;

1 000——换算系数。

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允许绝对差值不大于 0.3%。

A.5 干燥失重的测定

A.5.1 分析步骤

称取约 1 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于已在 105 °C ± 2 °C 干燥至恒重的称量瓶中,在 105 °C ± 2 °C 干燥箱中,干燥至恒重。

A.5.2 结果计算

干燥失重的质量分数 w_2 ,按式(A.2)计算:

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

式中:

m_1 ——干燥前试样和称量瓶的总质量,单位为克(g);

m_2 ——干燥后试样和称量瓶的总质量,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,两次平行测定结果的允许绝对差值不大于 0.1%。

A.6 灼烧残渣的测定

A.6.1 分析步骤

称取约 1 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于已在 750 °C ± 50 °C 灼烧至恒重的瓷坩埚中,用小火缓缓加热至完全炭化,放冷后,加约 0.5 mL 硫酸使样品完全湿润,低温加热至硫酸蒸气除尽后,移入高温炉中,在 750 °C ± 50 °C 灼烧至恒重。

A.6.2 结果计算

灼烧残渣的质量分数 w_3 ,按式(A.3)计算:

$$w_3 = \frac{m_3 - m_4}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

m_3 ——残渣和坩埚的总质量,单位为克(g);

m_4 ——坩埚的质量,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,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

A.7 氯化物(以 Cl 计)的测定

A.7.1 试剂和材料

A.7.1.1 硝酸溶液:10%(体积比)。

A.7.1.2 硝酸银溶液: $c(\text{AgNO}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.7.1.3 氯化物标准溶液 I:含氯 0.1 g/L。取 0.165 g 氯化钠于 1 000 mL 容量瓶,用水溶解、稀释至刻度。

A.7.1.4 氯化物标准溶液 II:含氯 0.01 g/L。吸取氯化物标准溶液 I 10 mL 于 100 mL 容量瓶,加水稀

释至刻度。

A.7.2 分析步骤

称取试样 0.10 g, 置 50 mL 纳氏比色管中, 加水溶解, 使成 25 mL, 加稀硝酸 10 mL, 加水使成约 40 mL, 摇匀, 作为供试溶液; 取 6.0 mL 氯化物标准溶液 II, 置另一 50 mL 纳氏比色管中, 同样操作使成 40 mL, 摇匀, 作为对照溶液; 两管中分别加入 1.0 mL 硝酸银溶液, 用水稀释使成 50 mL, 摇匀, 在暗处放置 5 min, 同置黑色背景上, 从比色管上方向下观察, 比较, 供试溶液的浊度不得比对照溶液的浊度浓。

A.8 硫酸盐(以 SO_4 计)的测定

A.8.1 试剂和材料

A.8.1.1 盐酸溶液: 取 23.6 mL 盐酸, 用水稀释至 100 mL。

A.8.1.2 硫酸溶液: $c\left[\frac{1}{2}(\text{H}_2\text{SO}_4)\right]=0.01\text{ mol/L}$ 。

A.8.1.3 氯化钡溶液: $c(\text{BaCl}_2)=0.5\text{ mol/L}$ 。

A.8.1.4 具塞比色管: 50 mL。

A.8.2 分析步骤

称取试样 1.5 g(准确至 0.01 g)于 50 mL 具塞比色管中, 加约 30 mL 水和 2 mL 稀盐酸溶液溶解, 加水稀释至 50 mL, 制得试样管。取另一支 50 mL 具塞比色管, 加入 0.35 mL 硫酸溶液和 2 mL 稀盐酸溶液, 加水稀释至 50 mL, 制得标准管。向上述两比色管中分别加入 2 mL 氯化钡溶液, 混合均匀, 静置 10 min, 在黑色背景下横向目视比浊, 试样管的乳白度不得深于标准管。
