《食品安全国家标准 食品中环己基氨基磺酸盐的测定》（征求意见稿）编制说明

一、标准起草基本情况

本标准于 2019 年立项（项目编号 spaq-2019-035），项目承担单位为成都市食品药品检验研究院、湖南省食品质量监督检验研究院、宁波市食品检验检测研究院和济南市疾病预防控制中心。2019 年 11 月 1 日正式启动，2019 年 11 月 1 日召开 2019 年食品安全国家标准项目启动会，2020 年 11 月 3 日至 6 月 28 日开展方法研究和标准验证工作，2021 年 7 月 2 日形成草案，2021 年 7 月 6 日至 8 月 15 日进行行业内征求意见，意见主要涉及文本的准确描述、公式表达、色谱条件参数等问题。对问题进行整改后，于 2021 年 8 月 30 日形成《食品安全国家标准 食品中环己基氨基磺酸钠的测定》草稿。2021 年 12 月 2 日经第二届食品安全国家标准审评委员会理化检验方法专业委员会第九次会议审查通过。

二、标准主要技术内容

本标准规定了食品中环己基氨基磺酸钠和环己基氨基磺酸钙的测定方法。

本标准第一法气相色谱法适用于食品（除蒸馏酒、发酵酒、配制酒、料酒外）中环己基氨基磺酸钠的测定；第二法液相色谱法和第三法液相色谱-质谱/质谱法适用于食品中环己基氨基磺酸钠的测定。相较于 GB 5009.97-2016，本次修订扩大了适用范围，从除脂方式、提取溶剂、提取条件、提取时间、衍生条件、破乳方式、色谱条件、质谱条件等方面对于环己基氨基磺酸的前处理条件和仪器条件进行优化。第三法液相色谱-质谱/质谱法改为内标法进行定量。

第一法 气相色谱法。**检出限为**0.01 g/kg，**定量限为**0.03 g/kg。待测物在6 μg/mL ~ 600 μg/mL范围内，线性关系良好。9家机构对28个典型试样基质及4个盲样进行了验证，三水平加标平均回收率范围81.4% ~ 108.6%，相对标准偏差范围0.41% ~ 8.01%，盲样检测结果满足统计学要求。

第二法 液相色谱法。**检出限为**0.01 g/kg，**定量限为**0.03 g/kg。待测物在6 μg/mL ~ 600 μg/mL范围内，线性关系良好。9家机构对30个典型试样基质及5个盲样进行了验证。三水平加标平均回收率范围80.8% ~ 109.3%，相对标准偏差范围 0.17 % ~ 7.60 %，盲样检测结果满足统计学要求。

第三法液相色谱-质谱/质谱法。**检出限为**0.03 mg/kg，**定量限为**0.10 mg/kg。待测物在10.0 ng/mL ~ 1000 ng/mL范围内，线性关系良好。9家机构对30个典型试样基质及5个盲样进行了验证，三水平加标平均回收率范围87.3% ~ 108.7%，相对标准偏差范围0.41% ~ 7.25%，盲样检测结果满足统计学要求。

9家实验室间的方法验证结果指标均符合检测方法确认的技术要求。因此，本方法灵敏度、准确性、精密度均较高，可满足日常检测的要求。

三、国内外相关法规标准情况

我国标准 GB 2760-2016《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》中规定了各基质中环己基氨基磺酸钠/环己基氨基磺酸钙（以环己基氨基磺酸计）的限量，分别为：冷冻饮品（03.04 食用冰除外）)0.65 g/kg、水果罐头 0.65 g/kg、果酱 1.0 g/kg、蜜饯凉果 1.0 g/kg、凉果类 8.0 g/kg、话化类 8.0 g/kg、果糕类 8.0 g/kg、腌渍的蔬菜 1.0 g/kg、熟制豆类 1.0 g/kg、腐乳类 0.65 g/kg、带壳熟制坚果与籽类 6.0 g/kg、脱壳熟制坚果与籽类 1.2 g/kg、面包 1.6 g/kg、糕点 1.6 g/kg、饼干 0.65 g/kg、复合调味料 0.65 g/kg、饮料类（14.01 包装饮用水除外）0.65 g/kg、配制酒 0.65 g/kg、果冻 0.65 g/kg、方便米面食品（仅限调味面制品）1.6 g/kg。

欧盟规定甜点及类似产品、降能或不含糖水性加香味甜点、乳制品、蛋基质点心、谷物基质甜点、油基质甜点的最大使用限量为 250 mg/kg。南非规定即食食品最大使用限量为 1000 mg/kg，果酱制品、口香糖（蛋糕除外）最大使用量为 2000 mg/kg。国内外的相关检测标准见表 1。

表 1 国内外涉及到的主要检测标准

序号	来源国家或组织	标准号	标准名称	方法名称	检测范围/适用基质	与制修订标准的关系
1	中国	GB 1886.37-2015	食品添加剂 环己基氨基磺酸钠（又名甜蜜素）	分光光度法	环己基氨基磺酸钠	非等效
2	中国	GB 29217-2012	食品添加剂 环己基氨基磺酸钙	比色法、原子吸收光谱法	环己基氨基磺酸钙	非等效
3	中国	SN/T 1948-2007	进出口食品中环己基氨基磺酸钠的检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	液相色谱-质谱/质谱法	水果罐头、浓缩山葡萄汁、白酒、糕点、糖果、甜白酒、酱菜	有部分基质覆盖
4	中国	NY/T 3473-2019	饲料中纽甜、阿力甜、阿斯巴甜、甜蜜素、安塞蜜、糖精钠的测定 液相色谱-串联质谱法	液相色谱-串联质谱法	饲料	非等效
5	中国	DBS22/014-2013	乳制品及含乳饮料中环己基氨基磺酸钠的测定 液相色谱-质谱/质谱法	液相色谱-质谱/质谱法	巴氏杀菌乳、灭菌乳、调制乳、发酵乳及含乳饮料	有部分基质覆盖
6	中国	DBS52/007-2014	白酒中甜蜜素、糖精钠、安赛蜜和三氯蔗	液相色谱-串联质谱法	白酒	有部分基质覆盖

序号	来源国家或组织	标准号	标准名称	方法名称	检测范围/适用基质	与制修订标准的关系
			糖四种甜味剂的测定方法 液相色谱-串联质谱法			
7	CAC	CXS 239-2003	食品添加剂通用分析方法	标准指向 EN 12857-1999 液相色谱法	檬水、橙汁饮料、水果酸奶、喷雾奶油、小黄瓜、罐装樱桃、菠萝、橙汁、杏果酱、黑莓果酱、樱桃汁、硬糖、混合水果酸奶、草莓酸奶、水果夸克、米布丁苹果葡萄干、巧克力奶油粉、奶油甜点香草粉、香草和西番莲果橙冰淇淋	有部分基质覆盖
8	AOAC	AOAC Official Method 969.28	Sodium Cyclamate and Calcium Cyclamate in Canned Fruit Colorimetric Method First Action 1969	比色法	水果罐头	非等效
9	欧盟	EN 12857:1999	Foodstuffs - Determination of cyclamate - High performance liquid chromatographic method	液相色谱法	同序号 7	有部分基质覆盖

四、其他需要公开说明的事项

无。