

QB

中华人民共和国行业标准

QB 2077~2079—95

食 品 添 加 剂

(5)

1995—03—27 发布

1996—01—01 实施

中国轻工总会 发布

食品添加剂 甘草抗氧物

QB 2078—95

1 主题内容与适用范围

本标准规定了食品添加剂甘草抗氧物的技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于甘草 (*Radix Glycyrrhizae*) 的根经物理方法用有机溶剂提取精制所得的甘草抗氧物，在食品工业中作为油脂抗氧化剂，不得检出合成抗氧化剂。

2 引用标准

GB 617 化学试剂 熔点范围测定通用方法

GB 8450 食品添加剂中砷的测定方法

GB 8451 食品添加剂中重金属限量试验法

3 技术要求

3.1 外观：本品为棕色或棕褐色粉末。

3.2 气味：略有甘草的特殊气味。

3.3 理化指标见表1。

表 1

项	目	指	标
含量 (二氯甲烷提取物)	%	≥	63.0
总黄酮含量	%	≥	27.0
熔距	℃		70~90
干燥失重	%	≤	5.0
砷 (As)	%	≤	0.0003
重金属 (以Pb计)	%	≤	0.001
AOM值 (添加量0.02%)	h	≥	18

4 试验方法

试验中所用试剂和仪器设备除特别注明外，均采用分析纯试剂，蒸馏水或去离子水及实验室常用仪器设备，溶液为水溶液。

4.1 鉴别试验

4.1.1 试剂和溶液

- a. 乙醇 (GB 679) ;
- b. 二氯甲烷 (HG12-609) ;
- c. 三氯化铁 (HG3-1085) 试液: 1%乙醇溶液;
- d. 重氮化试液;

甲液: 对硝基苯胺 (HGB 3472) 0.5g溶于5ml浓盐酸中, 加水稀释至50ml。

乙液: 亚硝酸钠 (GB 633) 5g溶于50ml水中。

本试剂须在临用时, 取等量甲、乙两液在冰水浴中混合后供使用。

- e. 碳酸钠试液: 取碳酸氢钠 (GB 640) 3g, 溶于100ml水中。

4.1.2 鉴别方法

4.1.2.1 取本品0.5g, 溶于100ml乙醇中。

- a. 取试液1ml, 加1%三氯化铁试液2~3滴, 应产生绿蓝色或紫色沉淀。

b. 取试液2~3ml, 加等量碳酸钠试液, 置水浴中煮沸3min, 冷却后加新配制的重氮化试液1~3滴, 应显浑浊深红色。

4.1.2.2 取本品1g, 每次用二氯甲烷20ml回流10min, 过滤, 挥去二氯甲烷, 浓缩物用50%乙醇20ml溶解过滤, 收集滤液, 吸取上述滤液1ml于试管中, 滴加三氯化铁试液1~2滴, 溶液应显褐色。

4.2 含量测定

4.2.1 原理

甘草抗氧化物中抗氧化成分易被二氯甲烷提取出来, 在回流提取后, 称量测定。

4.2.2 试验程序

称取研细的甘草抗氧化物样品1g (精确至0.0001g), 放入50ml圆底烧瓶中, 每次加二氯甲烷20ml, 回流15min, 提取液于30~35℃条件下, 滤入已恒重的烧杯中, 共回流5次, 然后用二氯甲烷30ml洗涤滤纸数次, 洗涤液并入烧杯中, 置水浴上蒸干, 105℃干燥至恒重, 称重。

4.2.3 计算

抗氧化物的百分含量X按(1)式计算。

$$X = \frac{W}{m} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中: W——提纯后甘草抗氧化物质量, g;

m——样品质量, g。

4.2.4 结果的允许差

试验结果以两次平行测定结果的算术平均值为准, 保留两位小数。

两次平行测定结果之差不大于0.1%。

4.3 总黄酮含量测定

4.3.1 原理

黄酮类化合物分子结构中具有C₃、C₆位羟基或邻苯二羟基时可与铝盐等金属盐试剂生成

有色络合物，在波长510nm处有最大吸收值。

4.3.2 试剂溶液和仪器

- a. 芦丁标准品；
- b. 乙醇 (GB 679)：60%，30%；
- c. 硝酸铝 (HG3-928)：10%；
- d. 氢氧化钠 (GB 629)：1mol/L；
- e. 亚硝酸钠 (GB 633)：5%；
- f. 分光光度计。

4.3.3 试验程序

标准液的制备：称取芦丁标准品20mg（精确到0.1mg），以60%乙醇溶解于100ml容量瓶中，并稀释至刻度，取此液20ml于50ml容量瓶中，加60%乙醇溶液5ml，以蒸馏水稀释至刻度，即得标准液（1ml标准液约含0.08mg芦丁标准品）。

样品液的制备：称取样品约20mg（精确至0.1mg），以60%乙醇25ml热溶于50ml容量瓶中，冷却，以蒸馏水稀释至刻度，即得样品液。

分别取上述两液各5ml于10ml容量瓶中，加5%亚硝酸钠溶液0.3ml，摇匀，静置6min，加10%硝酸铝溶液0.3ml，摇匀，静置6min，加入1mol/L氢氧化钠溶液4mL，摇均，用30%乙醇定容，静置15min，用1cm比色皿，在波长510nm处测吸光度。

4.3.4 计算

样品中总黄酮含量 X_1 按（2）式计算。

$$X_1 = \frac{0.04A_1/A_2}{m_1 \cdot K} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中： A_1 ——样品的吸光度；

A_2 ——标准品的吸光度；

m_1 ——样品的质量，mg；

K ——样品的稀释倍数；

0.04——标准品中黄酮含量，mg/ml。

4.3.5 结果的允许差

试验结果以两次平行测定结果的算术平均值为准，保留两位小数。

两次平行测定结果之差不得超过0.2%。

4.4 熔距的测定

按GB 617测定。

4.5 干燥失重的测定

4.5.1 试验程序

精密称取样品2g（精确至0.0002g），置于烘箱中，在110℃烘至恒重。

4.5.2 计算

干燥失重的百分含量 X_2 按式（3）计算。

$$X_2 = \frac{M_1 - M_2}{M} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中: M_1 ——烘干前称量瓶和样品的质量, g;

M_2 ——烘干后称量瓶和样品的质量, g;

M ——样品的质量, g。

4.5.3 结果的允许差

试验结果以两次平行测定结果的算术平均值为准, 保留两位小数。

两次平行测定结果之差不大于0.1%。

4.6 砷的测定

按GB 8450中的“砷斑法”则定。

4.7 重金属的测定

按GB 8451测定。

4.8 AOM值的测定

4.8.1 原理

AOM值是指在严格控制的测试条件下, 向油样中充气, 使过氧化值达到100 (以毫克当量碘/每公斤油样计) 时所需要的时间, 作为油脂样品阻滞自动氧化的指数。

4.8.2 仪器

AOM值测定仪

4.8.3 试验程序

把置有20ml精制猪油(猪油中添加0.02%抗氧化物)的试管顺圆形恒温槽的圆周排列起来, 启动搅拌器和电恒温调节器, 以便保持恒温, 每隔一定时间取出油样, 测定其过氧化物价, 待测得过氧化物价达100mgI₂/kg所需要的时间(h), 即为精制猪油阻滞自动氧化的指标。

5 检验规则

5.1 产品应由生产厂的质量检验部门进行检验, 生产厂应保证所有出厂的产品均符合本标准的要求。产品经最后混合, 质量均一的产品为一批, 每批出厂的产品都应附有产品合格证。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的产品进行验收。

5.3 取样方法: 每批≤50件抽3件, 每增加20件多抽1件, 不足20件以20件计。小批的不得少于3个包装袋, 从每个包装袋中随机取样20g, 所取的样品混合均匀后, 分装于两个清洁、干燥的带磨口塞的瓶中(每瓶不得少于30g), 密封瓶上贴标签, 注明: 生产厂名称、产品名称、批号、生产及取样日期, 一瓶供检验用, 另一瓶保存备查。

5.4 如果检验中有一项指标不符合本标准要求时, 应重新自两倍量的包装中取样进行复验, 复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求, 也判整批产品为不合格品。

5.5 当供需双方对产品质量发生异议时, 可由法定仲裁单位进行仲裁。

5.6 含量(二氯甲烷提取物)、总黄酮含量、熔距、干燥失重、砷、重金属为必检项目。

5.7 AOM值作为型式检验, 每年进行一次。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志 外包装均应标明: 产品名称、生产厂名称、厂址、注册商标、生产日期、批号、

生产许可证号、标准号、净重、“食品添加剂”字样、保质期。

6.2 包装 产品用避光的食品用铝塑复合包装袋包装，净重为100g或用内衬聚乙烯塑料袋的铁桶包装，净重为1kg、5kg、10kg。

6.3 装卸、运输过程中应防止日晒雨淋，严禁与有毒物品或有污染的物品混合装运。

6.4 产品应贮存于避光、干燥处，禁止与有毒物品混存。

6.5 产品保质期为二年。

附加说明：

本标准由中国轻工总会食品造纸部提出。

本标准由全国食品发酵标准化中心、卫生部食品卫生监督检验所归口。

本标准由内蒙古东胜制药厂、中国食品发酵工业研究所负责起草。

本标准主要起草人：张义存、冯智先、范济民、刘莲芳、戴澧、李惠宜。