

中华人民共和国轻工行业标准

食品添加剂 天然β-胡萝卜素

QB 1414—91

1 主题内容与适用范围

本标准规定了天然β-胡萝卜素的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存的要求。

本标准适用于以盐藻为原料用物理方法提取的天然β-胡萝卜素晶体。天然β-胡萝卜素晶体在食品工业中可用作着色剂和营养强化剂。

2 引用标准

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB 613 化学试剂 比旋光度测定通用方法

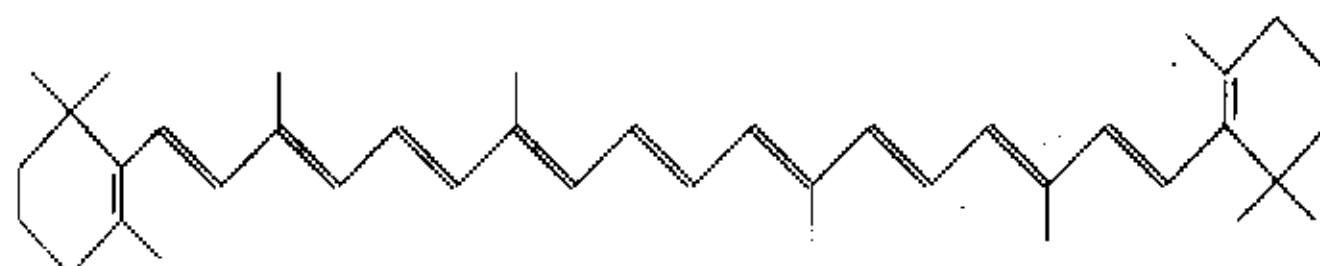
GB 617 化学试剂 熔点范围测定通用方法

GB 8450 食品添加剂中砷的测定方法(砷斑法)

GB 8451 食品添加剂中重金属限量试验法

3 产品分类

结构式:



分子式: $C_{40}H_{56}$

分子量: 536.88(按 1987 年国际原子量表)

4 技术要求

4.1 外观:紫红色或暗红色结晶粉末,具有藻类提取β-胡萝卜素的特有气味,受光、热、空气影响后色泽变淡。

本品溶于三氯甲烷、正己烷、石油醚,微溶于乙醇、乙醚、食用油,几乎不溶于水。

4.2 理化指标见表 1。

表 1

项 目	指 标
含 量, %	≥90
吸光度比值 A_{455}/A_{495}	1.14~1.18
A_{455}/A_{540}	10
熔 点, °C	167~175

中华人民共和国轻工业部 1991-12-31 批准

1992-08-01 实施

续表 1

项 目	指 标
硫酸灰分, %	≤ 0.2
砷, %	≤ 0.0003
重金属(以 Pb 计), %	≤ 0.001
汞(以 Hg 计), mg/kg	≤ 0.3
镉, mg/kg	≤ 0.3
溶解试验(1g/100mL)	澄清透明

5 试验方法

试验中所需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。

5.1 鉴别

5.1.1 旋光度测定

按 GB 613 进行,由于天然 β -胡萝卜素都是 L-反式结构,因此无旋光度。

5.1.2 显色反应

称取 10mg 天然 β -胡萝卜素,溶于 10mL 三氯甲烷中,溶液呈深红色,再加入 1mL 三氯化铋溶液,则呈绿色。

5.2 含量测定

5.2.1 原理

天然 β -胡萝卜素是共轭双键的化合物,在波长 $455 \pm 1\text{nm}$ 处有最大吸收值,样品溶液于该波长处测定其吸光度,以 1% 标准溶液浓度的标准吸光度,计算样品的百分含量。

5.2.2 试剂

- a. 石油醚(沸程 $60 \sim 90^\circ\text{C}$);
- b. 三氯甲烷(GB 682)。

5.2.3 仪器

- a. 紫外分光光度计;
- b. 分析天平,感量 0.0001g。

5.2.4 天然 β -胡萝卜素标准溶液配制

避光称取 β -胡萝卜素标准样品(E Merck Darmstadt)12.5mg(精确至 0.0001g),置于 50mL 烧杯中,加少量三氯甲烷使其溶解,转移到 100mL 棕色容量瓶中,用石油醚稀释至刻度,摇匀后即得(0.125mg/mL)。

精确吸取上述溶液(0.125mg/mL)5mL,置于 50mL 容量瓶中,用石油醚稀释至刻度,摇匀即得(12.5 $\mu\text{g/mL}$)。

5.2.5 样品的制备

a. 溶液 A

避光称取样品 10mg(精确至 0.0001g),置于 50mL 烧杯中,加少量三氯甲烷,使其溶解,移置 50mL 棕色容量瓶中,用石油醚稀释至刻度,摇匀。精确吸取此溶液 5mL 于 50mL 棕色容量瓶中,用石油醚稀释至刻度,摇匀,备用。

b. 溶液 B

吸取溶液 A 5mL 于 50mL 棕色容量瓶中,用石油醚稀释至刻度,摇匀,备用。

5.2.6 试验程序

5.2.6.1 标准曲线的绘制

精确移取天然 β -胡萝卜素标准溶液($12.5\mu\text{g}/\text{mL}$)1,2,3,4,5mL,分别置于25mL棕色容量瓶中,用石油醚稀释至刻度,摇匀,即得(每毫升含0.5,1.0,1.5,2.0,2.5 μg)标准系列溶液。用1cm比色皿,以石油醚为参比溶液。在波长 $455\pm 1\text{nm}$ 处测定吸光度。以浓度对吸光度绘制标准曲线。

每毫升含1 μg 浓度处查得标准溶液的吸光度将其扩大10倍,即得1%浓度标准溶液的吸光度为(A)。

5.2.6.2 将溶液B置于1cm比色皿中,以石油醚为参比液,在波长 $455\pm 1\text{nm}$ 处测定样品的吸光度为(A)。

5.2.7 试验结果的计算

样品中天然 β -胡萝卜素的含量以质量百分率表示,按式(1)计算。

$$X_1 = \frac{A \times K \times f}{m \times A_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: X_1 ——样品中天然 β -胡萝卜素的含量, %;

A——样品溶液的吸光度;

A_1 ——1%浓度的 β -胡萝卜素标准溶液的吸光度;

m——样品的质量, mg;

K——稀释倍数;

f—— β -胡萝卜素标样的纯度。

5.2.8 结果的允许差

同一样品两次测定值之差不得超过0.2%。

5.3 吸光度的测定

5.3.1 原理

天然 β -胡萝卜素是共轭双键化合物,根据紫外光谱中三个吸收峰(340nm、455nm、483nm)的比值(A_{455}/A_{340} 、 A_{455}/A_{483})来控制天然 β -胡萝卜素的结构体及纯度。

5.3.2 试剂

同本标准5.2.2。

5.3.3 仪器

同本标准5.2.3。

5.3.4 样品的制备

同本标准5.2.5。

5.3.5 试验程序

将溶液B置于1cm比色皿中,以石油醚为参比液,在波长 $455\pm 1\text{nm}$ 和波长 $483\pm 1\text{nm}$ 处测定吸光度(A), A_{455}/A_{483} 的比值应是1.14~1.18。

将溶液B和溶液A置于1cm比色皿中,以石油醚为参比溶液,分别在波长 $455\pm 1\text{nm}$ 处和波长340 $\pm 1\text{nm}$ 处测定吸光度(A), A_{455}/A_{340} 的比值应不低于10。

5.4 熔点测定

按GB 617测定。

5.5 硫酸盐灰分

5.5.1 试剂

a. 硫酸(GB 625);

b. 硝酸(GB 626)。

5.5.2 仪器设备

- a. 石英坩埚或瓷坩埚;
- b. 高温炉;
- c. 分析天平:感量 0.000 1g。

5.5.3 试验程序

称取样品 1g(精确至 0.000 2g)于已知恒重的坩埚中,加硫酸 2mL 使样品湿润,在低温下慢慢加热,直到完全炭化,再加硝酸 2mL,硫酸 1mL 继续加热,直至不冒白烟为止,然后移入高温炉内 550~600℃灼烧至灰化完全,冷至 200℃后取出放入干燥器中冷却至室温称量。重复灼烧前后二次称量相差不超过 0.5mg 为恒重。

5.5.4 试验结果的计算

样品中硫酸盐灰分的含量以质量百分率表示,按式(2)计算。

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: X_2 ——样品中硫酸盐灰分的含量, %;

m_1 ——坩埚与硫酸盐灰分总质量, g;

m_2 ——坩埚质量, g;

m ——样品质量, g。

5.5.5 结果的允许差

同一样品两次测定值之差不得超过 0.02%。

5.6 砷的测定

按 GB 8450 测定。

5.7 重金属的测定

按 GB 8451 测定。

5.8 溶解试验

5.8.1 试剂

三氯甲烷(GB 682)。

5.8.2 试验程序

称取样品 0.1g 精确至 0.01g,加 10mL 三氯甲烷使之溶解,溶液应澄清透明。

5.9 汞的测定

5.9.1 原理

样品用硝酸在高压釜内消化后,用冷原子吸收法测定汞。

5.9.2 试剂

a. 硝酸(GB 626):分析纯;

b. 酸性二氯化锡溶液(GB 638):取 15g 二氯化锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于 150mL 烧杯中,加 50mL 盐酸,微微加热至二氯化锡溶液变清后,再加 50mL 水混匀冷却后贮于棕色瓶中,用时新配;

c. 标准汞液(1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$):称取 0.135 3g 氯化汞(HG 3—1068),溶于 100mL 水中,贮于聚乙烯塑料瓶中,用前稀释至 0.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 作为工作标准液。

5.9.3 仪器

- a. 原子吸收分光光度计,带记录器;
- b. 溶样高压釜;
- c. 汞空心阴极灯;
- d. 汞吸收池: $\phi 8\text{mm} \times 12\text{mm}$ 。

5.9.4 试验程序

5.9.4.1 样品的消化:称取样品 0.5g(精确至 0.1mg),置于高压釜中的聚四氟乙烯烧杯中。加入高纯

硝酸 3.0mL, 加盖密封后, 将高压釜置于 120℃ 烘箱中, 保温 4h 或过夜。然后将高压釜冷却, 将消化液用水转移至 25mL 的比色管中, 并加水至刻度。摇匀后, 供汞的测定。

5.9.4.2 汞的标准曲线的制备: 取 10mL 比色管 5 支, 分别加入标准汞(0.2μg/mL)液 0, 50, 100, 150, 200μL, 加入 1.0mL 硝酸, 加水至刻度, 摇匀后按 5.9.4c 测定汞的吸收值或吸收峰高, 然后以标准汞量(mg)对应于吸收值或吸收峰高作标准曲线或直线回归方程。

5.9.4.3 消化液的测定: 用 20mL 玻璃医用注射器经聚乙烯塑料管吸取 10mL 消化液于注射器内, 用另一支 2mL 注射器吸取 15% 二氯化锡酸性还原溶液 1.0mL 注入盛有消化液的 20mL 注射器内, 并吸入 10mL 空气, 立即堵住注射器口, 振动 30s 后, 迅速将汞蒸气注入吸收池内进行测定, 根据标准曲线回归方程计算样品中汞含量(A)。

5.9.4.4 汞的测定条件: 波长 253.7nm, 光谱带宽 0.7nm, 吸收管规格为 φ8mm×120mm 的 π 形管。固定在原子吸收分光光度计的燃烧器顶部并对准光路。吸收管出气口连接碘活性炭吸收管。

5.9.5 试验结果的计算

$$X_3 = \frac{A \times V_0}{V_1 \times m} \dots\dots\dots (3)$$

式中: X_3 ——样品中汞含量, μg/g;

A ——标准曲线上查得的汞含量, μg;

V_0 ——配样总体积, mL;

V_1 ——测定样品液用量, mL;

m ——样品质量, g。

5.10 镉的测定

5.10.1 原理

样品用硝酸在高压釜内消化后, 用石墨炉原子吸收法测定镉。

5.10.2 试剂和溶液

a. 硝酸(GB 626), 优级纯;

b. 2.5%磷酸氢二铵溶液(HG3—1063);

c. 镉标准溶液(1 000μg/mL): 取 0.100 0g 金属镉粉(99.999%)溶于 1+1 盐酸中, 然后用 1% 盐酸配制 100mL, 用前再稀释至 0.02μg/mL。

5.10.3 仪器

a. 原子吸收分光光度计, 带记录器;

b. 石墨炉原子化器, 附涂层石墨管;

c. 溶样高压釜;

d. 镉空心阴极灯;

e. Eppendorf 移液管: 20, 50, 100, 500μL。

5.10.4 试验程序

5.10.4.1 样品的消化 同 5.9.4.1。

5.10.4.2 镉标准曲线的制备: 用 Eppendorf 吸管吸取 500μL 10% 硝酸 4 份于聚乙烯样杯中, 分别加入镉标准液(0.02μg/mL) 0, 20, 40, 60μL 及 2.5% 磷酸氢二铵 50μL, 加水至 610μL, 混匀后连同样品溶液一起按 5.10.4c 测定其吸收值。然后再以镉含量(mg)对应于吸收值或吸收峰高作图或计算其线性回归方程。

5.10.4.3 消化液中镉的测定: 取 500μL 消化液于聚乙烯塑料样杯中, 加入 2.5% 磷酸氢二铵 50μL, 加水至 610μL, 混匀后, 按下述条件测定其吸收值或吸收峰高, 根据吸收值查标准曲线或代入回归方程求得样品中镉含量(A)。

镉的测定条件: 波长 228.8nm, 光谱带宽 0.7nm, 量程扩大了 3 倍使用, 背景校正, 进样量 20μL。

石墨炉升温程序:干燥温度 120℃,升温时间 10s,保持 10s,灰化温度 750℃,升温时间 5s,原子化温度 1500℃,时间 3s。

5.10.5 试验结果的计算

$$X_1 = \frac{A \times V_0}{V_1 \times m} \dots\dots\dots (4)$$

式中: X_1 ——样品中镉含量, $\mu\text{g/g}$;

A ——标准曲线上查得的镉含量, μg ;

V_0 ——配样总体积, mL;

V_1 ——测定样品液用量, mL;

m ——样品质量, g。

6 检验规则

6.1 本品应由生产厂的质量检验部门进行检验,以保证所有出厂产品均符合本标准要求,其中含量、吸光度比值、熔点、硫酸盐灰分、砷、重金属、溶解试验为必检项目,汞、镉在非污染地区,可不作为必检项目。每批出厂产品都应附有质量证明书。

6.2 使用单位有权按本标准规定的检验规则和试验方法对所收到的产品在 30 天内进行质量检验,检验其指标是否符合本标准的要求。

6.3 取样方法

应从每批包装中选取 1% 样品,用取样工具伸入所取样的四分之三深处,取足够量的样品,置于清洁、干燥具有密闭和避光的容器中,减压充入氮气,贴上标签,注明生产厂名称、产品名称、批号及取样日期,冷藏备分析。

6.4 如检验中有一项指标不符合本标准时,应重新自双倍量包装中取样复验,如重验仍有一项指标不符合本标准规定时,则整批产品不能验收。

6.5 如供需双方对质量发生异议需仲裁时,可由双方协商邀请仲裁单位,按本标准的要求和方法进行仲裁。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 检签上应写明产品名称、批号、净重、生产厂名、生产日期、贮存要求,并注明“食品添加剂”字样。

7.2 本品应装入避光的密闭容器内,包装后需抽真空或充入氮气,以免氧化、受热、受潮变质。

7.3 本品不得与有毒有害以及有氧化性的物质一起混装、混运。

7.4 本品宜避光,冷置于干燥处贮存,防止受热受潮。

7.5 本品保质期为一年。

附加说明:

本标准由轻工业部食品发酵工业科学研究所、卫生部食品卫生监督检验所归口。

本标准由轻工业部食品发酵工业科学研究所和轻工业部制盐工业科学研究所负责起草。

本标准主要起草人刘莲芳、徐清渠、龚玲娣、李惠宜、舒德新。

本标准参照采用美国食品化学法规(FCC),1983 年版。