

ICS 67.220.20
分类号: X41
备案号: 18953-2006

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 2817—2006

食品添加剂 迷迭香提取物

Food additive Rosemary extract

2006-09-14 发布

2007-05-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准的附录A和附录B为规范性附录。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国食品发酵标准化中心归口。

本标准由中国食品添加剂生产应用工业协会组织起草。

本标准起草单位：贵州益兴宝典生物科技股份有限公司、贵州大学、中国食品发酵工业研究院。

本标准主要起草人：郁建平、杨小生、连宾、梁世康、王德义、柴秋儿。

本标准首次制定。

食品添加剂 迷迭香提取物

1 范围

本标准规定了食品添加剂迷迭香提取物的分类、要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于以迷迭香（*Rosmarinus officinalis* L.）的茎、叶为原料，经乙醇溶液提取、精制等工艺生产的粉状制品。其脂溶性产品的主要有效成分为鼠尾草酚、鼠尾草酸、迷迭香酚等；水溶性产品的主要有效成分为迷迭香酸、橙皮苷、咖啡酸等。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 5009.3 食品中水分的测定

GB/T 5009.4 食品中灰分的测定

GB/T 5009.11 食品中总砷及无机砷的测定

GB/T 5009.12 食品中铅的测定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法（neq ISO 3696:1987）

国家质量监督检验检疫总局令第 75 号 定量包装商品计量监督管理办法

卫生部[2002]第 26 号令 食品添加剂卫生管理办法

3 分类

迷迭香提取物根据其溶解性分为脂溶性产品和水溶性产品。

4 要求

4.1 感官特性

脂溶性迷迭香提取物为淡黄色至黄褐色粉末，水溶性迷迭香提取物为褐色粉末。具有迷迭香特有气味。

4.2 理化指标

应符合表 1 的要求。

表1 理化指标

项 目	指 标	
	脂溶性	水溶性
鼠尾草酚/(%) $\geq$	8.0	—
迷迭香酸/(%) $\geq$	—	2.0
乙酸乙酯溶解度/(25℃, g/100g) $\geq$	3.0	—
水溶解度/(25℃, g/100g) $\geq$	—	4.0
水分/(%) $\leq$	8.0	
灰分/(%) $\leq$	3.0	
铅(以Pb计)/(mg/kg) $\leq$	1.0	
砷(以As计)/(mg/kg) $\leq$	1.0	

5 试验方法

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 中规定的水。

5.1 感官检验

取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中, 在自然光线下, 观察其色泽, 嗅其味。

5.2 理化检验

5.2.1 鼠尾草酚

按附录 A 中规定的方法测定。

5.2.2 迷迭香酸

按附录 B 中规定的方法测定。

5.2.3 乙酸乙酯溶解度

5.2.3.1 试剂

乙酸乙酯: 分析纯。

5.2.3.2 仪器

电热恒温干燥箱。

5.2.3.3 分析步骤

取 200mL 的具塞三角瓶, 干燥至恒重 (m_0) 后, 准确称取 100g 乙酸乙酯 (精确至 0.01g), 然后加入 5g~10g 脂溶性迷迭香提取物 (精确至 0.01g), 在 25℃ 条件下边加边搅拌, 在 5min 内使其充分溶解, 静置 10min, 倒出上清液, 瓶及残渣干燥至恒重 (m_2), 根据减轻的质量计算乙酸乙酯溶解度。

5.2.3.4 结果计算

乙酸乙酯溶解度按式 (1) 计算:

$$X_1 = m_0 + m_1 - m_2 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X_1 ——乙酸乙酯溶解度, 单位为克每百克乙酸乙酯 (g/100g);

m_0 ——干燥后三角瓶的质量, 单位为克 (g);

m_1 ——脂溶性迷迭香提取物的质量, 单位为克 (g);

m_2 ——干燥后三角瓶和残渣的质量, 单位为克 (g)。

5.2.4 水溶解度

5.2.4.1 仪器

电热恒温干燥箱。

5.2.4.2 分析步骤

取 200mL 的具塞三角瓶，干燥至恒重 (m_0) 后，准确称取 100g 蒸馏水（精确至 0.01g），然后加入 6g~10g 水溶性迷迭香提取物（精确至 0.01g），在 25℃ 条件下边加边搅拌，在 5min 内使其充分溶解，静置 10 min，倒出上清液，瓶及残渣干燥至恒重 (m_4)，根据减轻的质量计算水溶解度。

5.2.4.3 结果计算

水溶解度按式 (2) 计算：

$$X_2 = m_0 + m_3 - m_4 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

X_2 ——水溶解度，单位为克每百克水 (g/100g)；

m_0 ——干燥后三角瓶的质量，单位为克 (g)；

m_3 ——水溶性迷迭香提取物的质量，单位为克 (g)；

m_4 ——干燥后三角瓶和残渣的质量，单位为克 (g)。

5.2.5 水分

按 GB/T 5009.3 规定的方法测定。

5.2.6 灰分

按 GB/T 5009.4 规定的方法测定。

5.2.7 铅

按 GB/T 5009.12 规定的方法测定。

5.2.8 砷

按 GB/T 5009.11 规定的方法测定。

6 检验规则

6.1 批次的确定

由生产单位的质量检验部门按照其相应的规则确定产品的批号，经最后混合且有均一性质量的产品为一批。

6.2 取样方法和取样量

在每批产品中随机抽取样品，每批按包装件数的 3% 抽取小样，每批应不少于三个包装，每个包装抽取样品应不少于 100g，将抽取试样迅速混合均匀，分装入两个洁净、干燥的瓶中，瓶上注明生产厂、产品名称、批号、数量及取样日期，一瓶作检验，一瓶密封留存备查。

6.3 出厂检验

6.3.1 出厂检验项目包括鼠尾草酚（脂溶性产品）或迷迭香酸（水溶性产品）、水分和溶解度。

6.3.2 每批产品应经生产厂检验部门按本标准规定的方法检验，并出具产品合格证后方可出厂。

6.4 型式检验

本标准技术要求中规定的所有项目均为型式检验项目。型式检验每半年进行一次，或当出现下列情况之一时进行检验。

- 原料、工艺发生较大变化时；
- 停产后重新恢复生产时；
- 出厂检验结果与平常记录有较大差别时；
- 国家质量监督检验机构或用户提出要求时。

6.5 判定规则

对全部技术要求进行检验，检验结果中若有一项指标不符合本标准要求时，应重新双倍取样进行复检。复检结果即使有一项不符合本标准，则整批产品判为不合格。

如供需双方对产品质量发生异议时，可由双方协商选定仲裁机构，按本标准规定的检验方法进行仲裁。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

产品的标识应符合卫生部[2002]第 26 号令第四章的要求。

7.2 包装

产品的包装应采用国家批准的、并符合相应的食品包装用卫生标准的材料，包装净含量偏差应符合国家质量监督检验检疫总局令第75号的规定。其中，水溶性迷迭香提取物产品由于易吸潮，需用防潮真空包装。

7.3 运输

产品在运输过程中不应与有毒、有害及污染物质混合载运，避免雨淋日晒等。

7.4 贮存

产品应贮存在通风、清洁、干燥的地方，不应与有毒、有害及有腐蚀性等物质混存。产品自生产之日起，在符合储运条件、包装完好的情况下，保质期应不少于两年。

附录 A

(规范性附录)

脂溶性迷迭香提取物中鼠尾草酚的测定
高效液相色谱法

A.1 方法提要

样品用甲醇溶解，以甲醇-0.1%磷酸水溶液为流动相，用以 ODS 为填料的液相色谱柱和紫外检测器或二极管阵列检测器，对试样中的鼠尾草酚进行反相高效液相色谱分离和测定，与标准品保留时间比较定性，峰面积外标法定量。

A.2 试剂和材料

- a) 甲醇：色谱纯。
- b) 鼠尾草酚标准品：纯度不低于 98%。
- c) 标准储备液：准确称取鼠尾草酚标准品 5mg（精确至 0.0001g），用甲醇溶解并定容至 10mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液 1mL 含鼠尾草酚 500 μ g。

A.3 仪器

- a) 高效液相色谱仪：配有紫外检测器或二极管阵列检测器。
- b) 色谱柱：柱长 250mm，内径 4.6mm，内装 ODS 填充物，粒径 5 μ m。
- c) 微量进样器。

A.4 高效液相色谱操作条件

流动相：甲醇：0.1%磷酸水溶液=82：18；

流速：0.6mL/min；

柱温：40℃；

检测波长：275nm；

保留时间：13min 左右。

A.5 分析步骤

A.5.1 样品处理

准确称取混合均匀的脂溶性迷迭香提取物样品 0.4g（精确至 0.0001g），用甲醇溶解并定容至 100mL，经 0.8 μ m 微孔滤膜过滤，即得试样溶液。

A.5.2 标准曲线的绘制

准确吸取标准储备液 0, 2.5 μ L, 5 μ L, 10 μ L, 15 μ L, 20 μ L，在规定色谱条件下，进行色谱分析，根据鼠尾草酚标准溶液的不同进样量及相应色谱峰面积，以色谱峰面积为纵坐标，鼠尾草酚含量为横坐标，绘制标准曲线。

A.5.3 样品测定

准确吸取试样溶液 5 μ L，在规定色谱条件下，进行色谱分析，以保留时间定性，峰面积外标法定量。

A.6 结果计算

鼠尾草酚含量按式（A.1）计算：

$$X_3 = \frac{c \times V}{m_3} \times 100 \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

X_3 ——样品中鼠尾草酚的含量, 单位为克每百克 (g/100g);

C ——由标准曲线得出的试样溶液中鼠尾草酚的浓度, 单位为微克每毫升 (μg/mL);

V ——样液定容体积, 单位为毫升 (mL);

m_3 ——样品质量, 单位为克 (g)。

A.7 允许差

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值, 应不超过算术平均值的 2.5%, 取两次平行测定的算术平均值为测定结果。

附录 B

(规范性附录)

水溶性迷迭香提取物中迷迭香酸的测定
高效液相色谱法

B.1 方法提要

样品用甲醇溶解，以**甲醇-0.05%磷酸水溶液**为流动相，用以 ODS 为填料的液相色谱柱和紫外检测器或二极管阵列检测器，**对试样中的迷迭香酸进行反相高效液相色谱分离和测定，与标准品保留时间比较定性，峰面积外标法定量。**

B.2 试剂和材料

- a) 甲醇：色谱纯。
- b) 迷迭香酸标准品：**纯度不低于 98%。**
- c) 标准储备液：**准确称取迷迭香酸标准品 10mg (精确至 0.0001g)，用 2mL 甲醇溶解并用蒸馏水定容至 10mL，混匀，置冰箱中保存。此溶液 1mL 含迷迭香酸 1.0mg。**

B.3 仪器

- a) 高效液相色谱仪：配有紫外检测器或二极管阵列检测器。
- b) 色谱柱：柱长 250mm，内径 4.6mm，内装 ODS 填充物，粒径 5 μ m。
- c) 微量进样器。

B.4 高效液相色谱操作条件

流动相：**甲醇：0.05%磷酸水溶液=45：55；**

流速：0.6mL/min；

柱温：40℃；

检测波长：283nm；

保留时间：**18min 左右。**

B.5 分析步骤

B.5.1 样品处理

准确称取**混合均匀**的水溶性迷迭香提取物样品 0.2g (精确至 0.0001g)，**用水溶解并定容至 100mL，经微孔滤膜 (0.8 μ m) 过滤，即得试样溶液。**

B.5.2 标准曲线的绘制

准确吸取**标准储备液** 0, 2.5 μ L, 5 μ L, 10 μ L, 15 μ L, 20 μ L，在**规定色谱条件下**，进行色谱分析，根据迷迭香酸**标准溶液**的不同进样量及相应色谱峰面积，以**色谱峰面积为纵坐标**，迷迭香酸含量为横坐标，绘制标准曲线。

B.5.3 样品测定

准确吸取**试样溶液** 10 μ L，在**规定色谱条件下**，进行色谱分析，以保留时间定性，峰面积外标法定量。

B.6 结果计算

迷迭香酸含量按式 (B.1) 计算：

$$X_4 = \frac{c \times V}{m_4} \times 100 \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

X_4 ——样品中迷迭香酸的含量, 单位为克每百克 (g/100g);

C ——由标准曲线得出的试样溶液中迷迭香酸的浓度, 单位为微克每毫升 (μg/mL);

V ——样液定容体积, 单位为毫升 (mL);

m_4 ——样品质量, 单位为克 (g)。

B.7 允许差

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值, 应不超过算术平均值的 2.5%, 取两次平行测定的算术平均值为测定结果。
