



中华人民共和国国家标准

GB xxxx—xxxx

食品安全国家标准 食品添加剂 β -胡萝卜素（盐藻来源）

（征求意见稿）

201x-xx-xx 发布

201x-xx-xx 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本标准代替QB 1411—91《食品添加剂 β-胡萝卜素》。

食品安全国家标准

食品添加剂 β -胡萝卜素（盐藻来源）

1 范围

本标准适用于以盐藻为原料用物理方法提取的食品添加剂 β -胡萝卜素（盐藻来源）。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

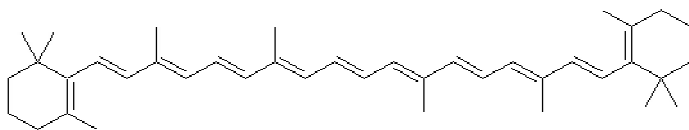
2.1 化学名称

全反式-1,1'-(3,7,12,16-四甲基-1,3,5,7,9,11,13,15,17-十八碳九烯-1,18-二基)双[2,6,6-三甲基环己烯]

2.2 分子式

$C_{40}H_{56}$

2.3 结构式



2.4 相对分子质量

536.88（按 2007 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	紫红色或暗红色	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下观察色泽和状态，并嗅其味
状态	结晶粉末	
气味	无臭	

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
含量(w)/%	≥	90.0	附录 A 中 A.3
吸光度比值	A ₄₅₅ /A ₄₈₃	1.14~1.18	附录 A 中 A.4
	A ₄₅₅ /A ₃₄₀ ≥	10	附录 A 中 A.4
熔点 /℃		167~175	GB/T 617
硫酸灰分(w)/%	≤	0.2	附录 A 中 A.5
砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤	3	GB/T 5009.76
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤	10	GB/T 5009.74
汞(以 Hg 计)/(mg/kg)	≤	0.3	附录 A 中 A.6
镉 (mg/kg)	≤	0.3	附录 A 中 A.7
溶解试验(1g/100ml)		通过	附录 A 中 A.8

附录 A

检验方法

A.1 一般规定

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用标准溶液、杂质测定用标准溶液、制剂和制品，在没有注明其他要求时均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时，均指水溶液。

A.2 鉴别试验

A.2.1 旋光度

按 GB/T 613 进行，应无旋光度。

A.2.2 显色反应

称取 10 mg 试样，溶于 10 mL 三氯甲烷中，溶液呈深红色，再加入 1 mL 三氯化铈溶液，则呈绿色。

A.2.3 溶解性

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。

A.3 含量的测定

A.3.1 方法原理

β -胡萝卜素是共轭双键的化合物，在波长 $455\text{ nm} \pm 1\text{ nm}$ 处有最大吸收值，试样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，计算试样的含量。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 石油醚(沸程 $60\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 90\text{ }^{\circ}\text{C}$)。

A.3.2.2 三氯甲烷。

A.3.3 仪器和设备

A.3.3.1 紫外分光光度计。

A.3.3.2 分析天平，感量 0.0001 g 。

A.3.4 天然 β -胡萝卜素标准溶液配制

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

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

A.3.5 试样的制备

A.3.5.1 溶液 A

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

A.3.5.2 溶液B

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

A.3.6 分析步骤

A.3.6.1 标准曲线的绘制

精确移取β-胡萝卜素标准溶液(12.5 μg/mL)1 mL, 2 mL, 3 mL, 4 mL, 5 mL。分别置于25 mL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 μg, 1.0 μg, 1.5 μg, 2.0 μg, 2.5 μg标准系列溶液。用1 cm比色皿，以石油醚为参比溶液。在波长455 nm±1 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)。

A.3.6.2 将溶液B置于1 cm比色皿中，以石油醚为参比液，在波长455 nm±1 nm处测定试样的吸光度为(A)。

A.3.7 结果计算

试样中β-胡萝卜素的含量 w_1 按式(A.1)计算。

$$w_1 = \frac{A \times K \times F}{m \times A_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

A ——试样溶液的吸光度；

A_1 ——1%浓度的β-胡萝卜素标准溶液的吸光度；

m ——试样的质量,单位为毫克 (mg)；

K ——稀释倍数；

F ——胡萝卜素标样的纯度。

同一样品两次测定值之差不得超过0.2%。

A.4 吸光度的测定

A.4.1 方法提要

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(340 nm, 455 nm, 483 nm)的比值(A_{455}/A_{340} , A_{455}/A_{483})来控制β-胡萝卜素的结构体及纯度。

A.4.2 试剂和材料

同本标准A.3.2。

A.4.3 仪器和设备

同本标准A.3.3。

A.4.4 试样的制备

同本标准 A.3.5。

A.4.5 分析步骤

将溶液 B 置于1 cm比色皿中，以石油醚为参比液，在波长455 nm±1 nm和波长483 nm±1 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1 cm比色皿中,以石油醚为参比溶液,分别在波长455 nm±1 nm处和波长 340 nm±1 nm 处测定吸光度(A), A_{455}/A_{340} 的比值应不低于 10。

A.5 硫酸盐灰分的测定

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 硫酸。

A.5.1.2 硝酸。

A.5.2 仪器和设备

A.5.2.1 石英坩埚或瓷坩埚。

A.5.2.2 高温炉。

A.5.2.3 分析天平:感量0.000 1 g。

A.5.3 分析步骤

称取试样1 g(精确至0.000 2 g)于已知恒重的坩埚中,加硫酸2 mL使试样湿润,在低温下慢慢加热,直到完全炭化,再加硝酸2 mL,硫酸1 mL继续加热,直至不冒白烟为止,然后移入高温炉内550 °C-600 °C灼烧至灰化完全,冷至200 °C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0.5 mg为恒重。

A.5.4 结果计算

试样中硫酸盐灰分的含量 w_2 按式(A.2)计算。

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

m_1 —— 坩埚与硫酸盐灰分总质量,单位为克(g);

m_2 —— 坩埚质量,单位为克(g);

m_0 —— 试样质量,单位为克(g)。

同一样品两次测定值之差不得超过0.02 %。

A.6 汞的测定

A.6.1 方法提要

试样用硝酸在高压釜内消化后,用冷原子吸收法测定汞。

A.6.2 试剂和材料

A.6.2.1 硝酸,分析纯。

A.6.2.2 酸性氯化锡溶液:取15 g氯化锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于150 mL烧杯中,加50 mL盐酸,微微加热至氯化锡溶液变清后,再加50 mL水混匀冷却后贮于棕色瓶中,用时新配。

A.6.2.3 标准汞液(1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$):称取0.135 3 g 氯化汞,溶于100 mL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。

A.6.3 仪器和设备

A.6.3.1 原子吸收分光光度计,带记录器。

A.6.3.2 溶样高压釜。

A. 6. 3. 3 汞空心阴极灯。

A. 6. 3. 4 汞吸收池 $\Phi 8\text{ mm}\times 12\text{ mm}$ 。

A. 6. 4 分析步骤

A. 6. 4. 1 试样的硝化

称取试样0.5 g(精确至0.1 mg),置于高压釜中的聚四氟乙烯烧杯中。加入高纯硝酸3 mL, 加盖密封后, 将高压釜置于120 °C烘箱中, 保温4 h或过夜。然后将高压釜冷却, 将硝化液用水转移至25 mL的比色管中, 并加水至刻度。摇匀后, 供汞的测定。

A. 6. 4. 2 汞的标准曲线的制备

取10 mL比色管5支, 分别加入标准汞(0.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$)液。0 μL , 50 μL , 100 μL , 150 μL , 200 μL , 加入1 mL硝酸, 加水至刻度, 摇匀后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。

A. 6. 4. 3 硝化液的测定

用20 mL玻璃医用注射器经聚乙烯塑料管吸取10 mL消化液于注射器内, 用另一支2 mL注射器吸取15%二氯化锡酸性还原溶液1.0 mL注入盛有消化液的20 mL注射器内.并吸入10 mL空气, 立即堵住注射器口, 振动30 s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试样中汞含量(A)。

A. 6. 4. 4 汞的测定条件

波长253.7 nm, 光谱带宽0.7 nm, 吸收管规格为 $\Phi 8\text{ mm}\times 120\text{ mm}$ 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。

A. 6. 4. 5 结果计算

汞含量 w_3 按式(A.3)计算。

$$w_3 = \frac{A_2 \times V_0}{V_1 \times m_3} \dots\dots\dots (A. 3)$$

式中:

A_2 —— 标准曲线上查得的汞含量, 单位为微克每克 ($\mu\text{g}/\text{g}$);

V_0 —— 配样总体积, 单位为毫升 (mL);

V_1 —— 测定试样液用量, 单位为毫升 (mL);

m_3 —— 试样质量, 单位为克 (g)。

A. 7 镉的测定

A. 7. 1 方法原理

试样用硝酸在高压釜内消化后, 用石墨炉原子吸收法测定镉。

A. 7. 2 试剂和材料

A. 7. 2. 1 硝酸, 优级纯。

A. 7. 2. 2 2. 5%磷酸氢二铵溶液。

A. 7. 2. 3 镉标准溶液(1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$): 取0.1000 g金属镉粉(99.99 9%)溶于1+1盐酸中, 然后用1%盐酸配制100 mL, 用前再稀释至0.02 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

A. 7. 3 仪器和设备

A. 7. 3. 1 原子吸收分光光度计, 带记录器。

A. 7. 3. 2 石墨炉原子化器, 附涂层石墨管。

A. 7. 3. 3 溶样高压釜。

A. 7. 3. 4 镉空心阴极灯。

A. 7. 4 分析步骤

A. 7. 4. 1 试样的硝化

同A.6.4.1。

A. 7. 4. 2 镉标准曲线的制备

用Eppendorf吸管吸取500 μL 10%硝酸4份于聚乙烯样杯中，分别加入镉标准(0.02 μL/mL)0 μL, 20 μL, 40 μL, 60 μL及2.5 % 磷酸氢二铵50 μL，加水至610 μL，混匀后连同试样溶液一起按A.6.4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。

A. 7. 4. 3 硝化液中镉的测定

A. 7. 4. 3. 1 镉的测定条件

波长228.8 nm，光谱带宽0.7 nm，量程扩大了3倍使用，背景校正，进样量20 μL。

A. 7. 4. 3. 2 石墨炉升温程序

干燥温度120 °C，升温时间10 s，保持10 s，灰化温度750 °C，升温时间5 s，原子化温度1500 °C，时间3 s。

A. 7. 4. 3. 3 测定

取500 μL硝化液于聚乙烯塑料样杯中，加入2.5%磷酸氢二铵50 μL，加水至610 μL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试样中镉含量。

A. 7. 5 结果计算

镉含量 w_4 按式(A.4)计算。

$$w_4 = \frac{A_3 \times V_2}{V_3 \times m_4} \dots\dots\dots (A.4)$$

式中：

A_3 —— 标准曲线上查得的镉含量，单位为微克(μg)；

V_3 —— 配样总体积，单位为毫升(mL)；

V_1 —— 测定试样液用量，单位为毫升(mL)；

m_4 —— 试样质量，单位为克(g)。

A. 8 溶解实验

A. 8. 1 试剂和材料

三氯甲烷。

A. 8. 2 分析步骤

称取试样0.1 g精确至0.01 g，加10 ml三氯甲烷使之溶解，溶液应澄清透明。