



中华人民共和国国家标准

GB 1886.105—2016

食品安全国家标准 食品添加剂 辣椒橙

2016-08-31 发布

2017-01-01 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

食品安全国家标准

食品添加剂 辣椒橙

1 范围

本标准适用于以辣椒果皮及其制品为原料,经萃取、过滤、浓缩、脱辣椒素等工艺制成的食品添加剂辣椒橙。

2 分子式、结构式和相对分子质量

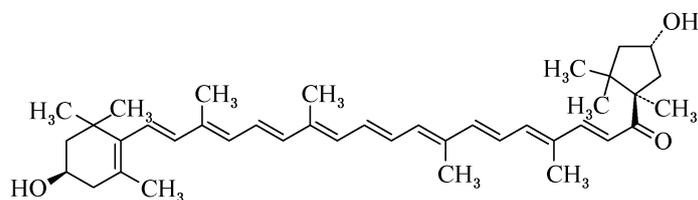
2.1 分子式

辣椒红素: $C_{40}H_{56}O_3$

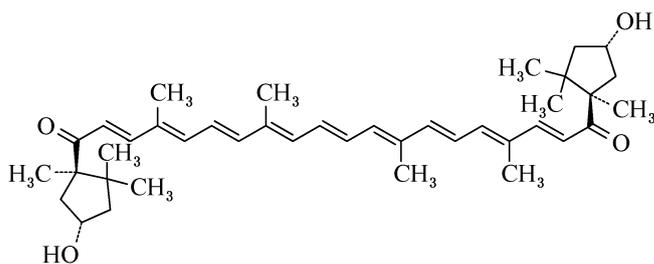
辣椒玉红素: $C_{40}H_{56}O_4$

2.2 结构式

辣椒红素:



辣椒玉红素:



2.3 相对分子质量

辣椒红素: 584.87(按 2007 年国际相对原子质量)

辣椒玉红素: 600.87(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	橙色或橙红色	取适量试样置于清洁、干燥、透明的玻璃试管中,在自然光下,观察其色泽和状态
状态	油状液体	

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
类胡萝卜素总量, $w/\%$	符合声称	附录 A 中 A.3
辣椒总碱/ $(\mu\text{g}/\text{mL})$	符合声称	附录 A 中 A.4
辣椒红素和辣椒玉红素, $w/\%$	\geq 类胡萝卜素总量的 30%	附录 A 中 A.5
总有机溶剂残留量/ (mg/kg)	\leq 50	附录 A 中 A.6
砷(As)/ (mg/kg)	\leq 3.0	附录 A 中 A.7
铅(Pb)/ (mg/kg)	\leq 2.0	GB 5009.12
注: 商品化的辣椒橙产品应以符合本标准的辣椒橙为原料,可添加食用糊精、抗氧化剂等辅料而制成。		

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。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备。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 试剂和材料

A.2.1.1 硫酸。

A.2.1.2 三氯甲烷。

A.2.1.3 丙酮。

A.2.1.4 正己烷。

A.2.2 鉴别方法

A.2.2.1 显色反应

在 1 滴试样中加 2 滴~3 滴三氯甲烷和 1 滴硫酸,溶液呈深蓝色。

A.2.2.2 最大吸收

样品溶解在丙酮中,在约 462 nm 处有最大吸收峰。样品溶解在正己烷中,约在 470 nm 处有最大吸收峰。

A.3 类胡萝卜素总量的测定

A.3.1 方法提要

采用分光光度计法测定辣椒橙中的类胡萝卜素在最大吸收波长处(约 462 nm)吸光度,计算其含量。

A.3.2 试剂和材料

丙酮。

A.3.3 仪器和设备

A.3.3.1 分光光度计。

A.3.3.2 比色皿:10 mm。

A.3.4 分析步骤

A.3.4.1 试样溶液的制备

称取 0.3 g~0.5 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 100 mL 容量瓶中,用丙酮溶解后稀释至刻度,静置 2 min。吸取 1 mL 该溶液,置于另一个 100 mL 容量瓶中,用丙酮定容至刻度,充分摇动。

A.3.4.2 测定

将试样溶液置于 10 mm 比色皿中,在最大吸收波长处(约 462 nm)读取吸光度 A 。调整样品浓度,使吸光度在 0.3~0.7 之间。

A.3.5 结果计算

类胡萝卜素总量的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{A_0 \times 10^4}{2\ 100 \times m_1} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

A_0 —— 试样溶液的吸光度值;

10^4 —— 试样溶液的稀释倍数;

2 100 —— 辣椒红素/辣椒玉红素在丙酮中 462 nm 波长处的百分吸光系数 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$;

m_1 —— 试样的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后一位。

A.4 辣椒总碱的测定

A.4.1 方法提要

采用高效液相色谱法测定辣椒总碱(降二氢辣椒碱、辣椒碱和二氢辣椒碱)的含量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 乙醇。

A.4.2.2 丙酮。

A.4.2.3 乙腈。

A.4.2.4 乙酸溶液:1+99。

A.4.2.5 合成辣椒碱标准品,纯度 $\geq 99\%$ 。

A.4.3 仪器和设备

A.4.3.1 高效液相色谱仪:带有 20 μL 定量环,配备荧光检测器或紫外检测器。

A.4.3.2 固相萃取小柱:Sep-PAK C_{18} 6 mL,或其他等效的固相萃取小柱。

A.4.4 参考色谱条件

A.4.4.1 色谱柱: C_{18} 不锈钢色谱柱,150 mm \times 4.6 mm,粒径 5 μm ,或其他等效色谱柱。

A.4.4.2 流动相:乙腈:乙酸溶液=40:60。

A.4.4.3 流动相流速:1.5 mL/min。

A.4.4.4 检测波长:荧光检测器激发波长 280 nm,发射波长 325 nm;紫外检测器检测波长 280 nm。

A.4.4.5 进样量:20 μL 。

A.4.5 分析步骤

A.4.5.1 标准溶液的制备

称取 75 mg 合成辣椒碱标准品,精确至 0.01 mg,置于 500 mL 容量瓶中,用乙醇溶解稀释至刻度,摇匀,此溶液为标准溶液 A(质量浓度为 150 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。吸取 10 mL 标准溶液 A,置于 100 mL 容量瓶中,用乙醇溶解稀释至刻度,摇匀,此溶液为标准溶液 B(质量浓度为 15 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。吸取 5 mL 标准溶液 B,置于 100 mL 容量瓶中,用乙醇溶解稀释至刻度,摇匀,此溶液为标准溶液 C(质量浓度为 0.75 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。

A.4.5.2 试样溶液的制备

称取 5 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于 50 mL 容量瓶中,避免试样粘到容量瓶内壁上。加入 5 mL 丙酮,摇动直至试样完全溶解。倾斜 45°角观察试样是否粘附瓶底。缓慢加入乙醇(95%或无水乙醇)直到溶液浑浊,稀释至刻度,混合均匀。用 10 mL 注射器直接吸取 5 mL 试样溶液加入到规格为 6 mL 固相萃取柱中,避免试样粘附到注射器的内壁上。试样通过萃取柱并收集到 25 mL 容量瓶中。用 5 mL 乙醇洗涤萃取柱,洗涤三次,洗涤液收集到容量瓶中,用乙醇定容至刻度,经 0.45 μm 过滤器过滤,滤液装入玻璃瓶中。

A.4.5.3 测定

在 A.4.4 参考色谱条件下,分别对试样溶液、标准溶液进行色谱分析。记录试样溶液色谱图中降二氢辣椒碱的峰面积 A_N 、辣椒碱的峰面积 A_C 、二氢辣椒碱的峰面积 A_D 和标准溶液色谱图中标准品的平均峰面积 A_S 。

A.4.6 结果计算

降二氢辣椒碱的质量浓度 ρ_N ,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$),按式(A.2)计算:

$$\rho_N = \frac{A_N}{A_S} \times \rho_S \times r_N \quad \dots\dots\dots(A.2)$$

式中:

A_N ——降二氢辣椒碱的平均峰面积;

A_S ——标准品的平均峰面积;

ρ_S ——标准溶液的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

r_N ——降二氢辣椒碱相对标准品的响应因子。

辣椒碱的质量浓度以 ρ_C ,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$),按式(A.3)计算:

$$\rho_C = \frac{A_C}{A_S} \times \rho_S \times r_C \quad \dots\dots\dots(A.3)$$

式中:

A_C ——辣椒碱的平均峰面积;

A_S ——标准品的平均峰面积;

ρ_S ——标准溶液的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

r_C ——辣椒碱相对标准品的响应因子。

二氢辣椒碱的质量浓度 ρ_D ,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$),按式(A.4)计算:

$$\rho_D = \frac{A_D}{A_S} \times \rho_S \times r_D \quad \dots\dots\dots(A.4)$$

式中：

A_D ——二氢辣椒碱的平均峰面积；

A_S ——标准品的平均峰面积；

ρ_S ——标准溶液的质量浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

r_D ——二氢辣椒碱相对标准品的响应因子。

试样中辣椒总碱(降二氢辣椒碱、辣椒碱和二氢辣椒碱)的质量浓度 ρ ，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)，按式(A.5)计算：

$$\rho = \rho_N + \rho_C + \rho_D \quad \dots\dots\dots (A.5)$$

式中：

ρ_N ——降二氢辣椒碱的质量浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

ρ_C ——辣椒碱的质量浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

ρ_D ——二氢辣椒碱的质量浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)。

辣椒碱参数见表 A.1。

表 A.1 辣椒碱参数

名称	紫外检测器响应因子 (UV)	荧光检测器响应因子 (FLU)	相对保留时间
降二氢辣椒碱(r_N)	0.98	0.92	0.90
辣椒碱(r_C)	0.89	0.88	1.00
二氢辣椒碱(r_D)	0.93	0.93	1.58

A.5 辣椒红素和辣椒玉红素的测定

A.5.1 方法提要

采用高效液相色谱法，用面积归一化法测定辣椒红素和辣椒玉红素的含量。

A.5.2 试剂和材料

A.5.2.1 无水硫酸钠。

A.5.2.2 丙酮：色谱纯。

A.5.2.3 乙醚。

A.5.2.4 氢氧化钾-甲醇溶液：2 g 氢氧化钾溶于 100 mL 甲醇。

A.5.3 仪器和设备

高效液相色谱仪：带有二极管阵列检测器，波谱范围 350 nm~600 nm。

A.5.4 参考色谱条件

A.5.4.1 色谱柱：长为 250 mm，内径为 4 mm 的不锈钢柱，固定相为 C_{18} ，或其他等效色谱柱。

A.5.4.2 检测波长：450 nm。

A.5.4.3 流速：1.5 mL/min。

A.5.4.4 进样量：5 μL 。

A.5.4.5 梯度洗脱：见表 A.2。

表 A.2 梯度洗脱程序

时间/min	丙酮/%	水/%
-10(进样前)	75	25
0	75	25
5	75	25
10	95	5
17	95	5
22	100	0
27	75	25

A.5.5 分析步骤

A.5.5.1 试样溶液的制备

称取 0.2 g 试样,精确至 0.01 mg,溶于适量丙酮中,转移至 500 mL 分液漏斗,加入丙酮至溶液体积为 100 mL,再加入 100 mL 乙醚,混合均匀,过滤。加入 100 mL 氢氧化钾-甲醇溶液,静置 1 h,定时摇动。除去水相,用水洗涤有机相数次,直到洗液无色。经无水硫酸钠过滤,用旋转蒸发器在 35 °C 以下蒸干。将干燥的色素转移至 25 mL 容量瓶中,用丙酮溶解定容,冷却。可在分析前用超声波发生器将样品充分溶解,经 0.45 μm 过滤器过滤。

A.5.5.2 测定

在 A.5.4 参考色谱条件下,对试样溶液进行色谱分析,确定试样溶液色谱图中辣椒红素和辣椒玉红素的峰,记录试样溶液色谱图中辣椒红素及辣椒玉红素的峰面积,用面积归一化法定量,计算辣椒红素和辣椒玉红素的含量。出峰顺序:新叶黄素、辣椒玉红素、紫黄质、辣椒红素、氧化玉米黄素、类胡萝卜素 A、隐辣椒质、β-玉米黄质、β-胡萝卜素。

A.5.6 结果计算

辣椒红素和辣椒玉红素的质量分数 w_2 ,按式(A.6)计算:

$$w_2 = \frac{A_1 + A_2}{\sum A_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.6)$$

式中:

A_1 —— 试样中辣椒红素的峰面积;

A_2 —— 试样中辣椒玉红素的峰面积;

$\sum A_i$ —— 试样中各组分 i 的峰面积之和。

计算结果表示到小数点后一位。

A.6 总有机溶剂残留量的测定

A.6.1 方法提要

采用气相色谱法,用内标法测定总有机溶剂(乙酸乙酯、乙醇、丙酮、2-丙醇、己烷)残留量。

A.6.2 试剂和材料

- A.6.2.1 甲醇。
- A.6.2.2 内标物:3-甲基-2-戊酮。
- A.6.2.3 乙酸乙酯。
- A.6.2.4 乙醇。
- A.6.2.5 丙酮。
- A.6.2.6 2-丙醇。
- A.6.2.7 己烷。

A.6.3 仪器和设备

气相色谱仪:配有氢火焰离子化检测器。

A.6.4 参考色谱条件

- A.6.4.1 色谱柱:石英毛细管柱,长为 30 m,直径为 0.53 mm,膜厚度为 1 μm (如 DB-1 或能达到同等分离效果的其他毛细管柱)。
- A.6.4.2 载气:氦气。
- A.6.4.3 流速:5 mL/min。
- A.6.4.4 气化室温度:140 $^{\circ}\text{C}$ 。
- A.6.4.5 检测器温度:300 $^{\circ}\text{C}$ 。
- A.6.4.6 柱温:35 $^{\circ}\text{C}$ 保持 5 min,然后以 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 90 $^{\circ}\text{C}$,保持 6 min。
- A.6.4.7 进样量:1 μL ~2 μL 。

A.6.5 分析步骤

A.6.5.1 内标溶液的制备

准确量取 50.0 mL 甲醇,加入到 50 mL 样品瓶中,密封,称重,然后通过隔膜注射 15 μL 3-甲基-2-戊酮,称重,精确至 0.01 mg。

A.6.5.2 试样溶液的制备

称取 0.20 g 试样,精确至 0.1 mg,加入到 50 mL 样品瓶中,再加入 5.0 mL 甲醇和 1.0 mL 内标溶液,60 $^{\circ}\text{C}$ 加热 10 min,充分摇动 10 s。

A.6.5.3 标准曲线溶液的制备

A.6.5.3.1 标准储备溶液的制备

准确量取 50.0 mL 甲醇,加入到 50 mL 样品瓶中,密封。准确称量,精确至 0.01 mg。通过隔膜注入 50 μL 标样(目标化合物),称重,混合均匀。

A.6.5.3.2 标准使用溶液的制备

准确移取 1 mL 标准储备溶液,加入到 50 mL 样品瓶中,再准确加入 4.0 mL 甲醇,混合均匀。

A.6.5.3.3 标准曲线的绘制

准确分取 0 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.3 mL、0.5 mL 标准使用溶液,加入到 50 mL 样品瓶中,再准确

加入 5 mL、4.9 mL、4.8 mL、4.7 mL、4.5 mL 甲醇和 1.0 mL 内标溶液,混合均匀。在 A.6.4 参考色谱条件下测定,以各组分峰面积与内标物峰面积之比为纵坐标,以各组分浓度为横坐标绘制标准曲线。

A.6.5.4 测定

在 A.6.4 参考色谱条件下,试样溶液进行色谱分析。根据色谱图求出各组分峰面积与内标物峰面积之比,然后根据标准曲线计算试样中各组分的浓度。

A.6.6 结果计算

试样中的有机溶剂(乙酸乙酯、乙醇、丙酮、2-丙醇、己烷)的残留量的质量分数 w_i ,单位为毫克每千克(mg/kg),按式(A.7)计算:

$$w_i = \frac{\rho_i \times V \times 1\,000}{m_i} \dots\dots\dots (A.7)$$

式中:

ρ_i ——试样中各组分的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V ——试样溶液总体积,单位为毫升(mL);

1 000——换算系数;

m_i ——试样的质量,单位为克(g)。

由公式(A.7)计算得到各有机溶剂(乙酸乙酯、乙醇、丙酮、2-丙醇、己烷)的残留量,取各组分残留量之和即为试样中总有机溶剂残留量。

A.7 砷(As)的测定

A.7.1 方法提要

辣椒橙经湿法消解后,制备成试样溶液,用原子吸收光谱法测定砷的含量。

A.7.2 试剂和材料

A.7.2.1 硝酸。

A.7.2.2 硫酸溶液:1+1。

A.7.2.3 硝酸-高氯酸混合溶液:3+1。

A.7.2.4 盐酸溶液:1+10。

A.7.2.5 氢氧化钠溶液:1 g/L。

A.7.2.6 硼氢化钠溶液:8 g/L。称取 8 g 硼氢化钠,溶于适量 1 g/L 的氢氧化钠溶液中,稀释至 1 000 mL。

A.7.2.7 碘化钾溶液:200 g/L。

A.7.2.8 砷(As)标准溶液:按 GB/T 602 配制和标定后,再根据使用的仪器要求进行稀释配制成含砷相应浓度的三种标准溶液。

A.7.3 仪器和设备

原子吸收光谱仪。

A.7.4 参考色谱条件

A.7.4.1 砷空心阴极灯分析线波长:193.7 nm;狭缝:0.5 nm~1.0 nm;灯电流:6 mA~10 mA。

A.7.4.2 载气流速:氩气 250 mL/min。

A.7.4.3 原子化器温度:900 ℃。

A.7.5 分析步骤

A.7.5.1 试样消解

称取约 1 g 试样(精确至 0.001 g),置于 250 mL 三角或圆底烧瓶中,加 10 mL~15 mL 硝酸和 2 mL 硫酸溶液,摇匀后用小火加热赶出二氧化氮气体,溶液变成棕色,停止加热,放冷后加入 5 mL 硝酸-高氯酸混合液,强火加热至溶液透明或微黄色,如仍不透明,放冷后再补加 5 mL 硝酸-高氯酸混合液,继续加热至溶液透明无色或微黄色并产生白烟(避免烧干出现炭化现象),停止加热,放冷后加 5 mL 水加热至沸,除去残余的硝酸-高氯酸(必要时可再加水煮沸一次),继续加热至发生白烟,保持 10 min,放冷后移入 100 mL 容量瓶(若溶液出现浑浊、沉淀或机械杂质须过滤),用盐酸溶液稀释定容,作为试样溶液。

同时制备空白溶液。

A.7.5.2 测定

量取 25 mL 消解后的试样溶液至 50 mL 容量瓶,加入 5 mL 碘化钾溶液,用盐酸溶液稀释定容,摇匀,静置 15 min,作为试样测试溶液。

同时移取砷标准溶液按相同的方法定容至 50 mL 容量瓶,同时以空白溶液制备空白测试溶液。

A.7.6 结果计算

砷(As)的质量分数 w_3 ,单位为毫克每千克(mg/kg),按式(A.8)计算:

$$w_3 = \frac{(m_3 - m_2) \times 1\,000}{m_4 \times \frac{25}{100}} \dots\dots\dots (A.8)$$

式中:

m_3 ——根据标准曲线计算试样溶液的质量,单位为毫克(mg);

m_2 ——根据标准曲线计算空白溶液的质量,单位为毫克(mg);

1 000 ——换算系数;

m_4 ——试样的质量,单位为克(g);

25 ——试样消耗的体积,单位为毫升(mL);

100 ——试样定容的体积,单位为毫升(mL)。

平行测定结果的绝对差值不大于 0.1 mg/kg,取其算术平均值作为测定结果。