

中华人民共和国国家标准

GB 28314—2012

食品安全国家标准 食品添加剂 辣椒油树脂

2012-04-25 发布 2012-06-25 实施

食品安全国家标准

食品添加剂 辣椒油树脂

1 范围

本标准适用于以茄科植物辣椒($Capsicum\ annuum\ L$.)的果实为原料,经加工精制而成的食品添加剂辣椒油树脂。

2 分子式、结构式、相对分子质量

2.1 辣椒碱

分子式: C₁₈H₂₇NO₃

结构式:

$$H_3$$
CO CH_2 NH CO $(CH_2)_4$ CH CH CH_3 CH_3

相对分子质量: 305.41 (按2007年国际相对原子质量)

2.2 二氢辣椒碱

分子式: C₁₈H₂₉NO₃

结构式:

相对分子质量: 307.43 (按2007年国际相对原子质量)

2.3 降二氢辣椒碱

分子式: C₁₇H₂₅NO₃

结构式:

相对分子质量: 291.39 (按2007年国际相对原子质量)

3 技术要求

3.1 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	深红色至红色	取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自
状态	油状液体	然光线下,观察其色泽和状态

3.2 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
辣椒素含量, w/%		1.0~14.0	附录 A 中 A.3
残留溶剂/(mg/kg)	\forall	50	GB/T 5009.37 残留溶剂
铅 (Pb) / (mg/kg)	\leqslant	2	GB 5009.12
总砷(以As计)/(mg/kg)	\leqslant	3	GB/T 5009.11

注:商品化的辣椒油树脂产品应以符合本标准的辣椒油树脂为原料,可添加符合食品添加剂质量规格要求的乳化剂、抗氧化剂和(或)食用植物油而制成,其辣椒素含量指标符合标识值。

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中规定的三级水。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、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 溶解性

几乎不溶于水,部分溶于乙醇,不溶于甘油。

A. 2. 2 最大吸收峰

样品的正己烷溶液在波长445 nm附近有最大吸收峰。

A. 2. 3 颜色反应

取 1 滴辣椒油树脂样品,加入 2 滴~3 滴氯仿和 1 滴硫酸,溶液呈棕色至深蓝色。

A.3 辣椒素含量的测定

- A. 3. 1 方法一 (仲裁法)
- A. 3. 1. 1 试剂和材料
- A. 3. 1. 1. 1 甲醇: 色谱纯。
- A. 3. 1. 1. 2 四氢呋喃: 色谱纯。
- A. 3. 1. 1. 3 甲醇-四氢呋喃混合溶剂: 体积比为1:1。
- A. 3. 1. 1. 4 辣椒碱标准品 (纯度≥95%)。
- A. 3. 1. 1. 5 二氢辣椒碱标准品 (纯度≥90%)。
- A. 3. 1. 1. 6 标准储备液:分别精确称取适量辣椒碱标准品和二氢辣椒碱标准品,精确到0.0001 g,用甲醇溶解并定容。配成浓度均为1 mg/mL的辣椒碱和二氢辣椒碱的混合标准储备液,密封后贮于4 ℃冰箱中备用。
- A. 3. 1. 1. 7 标准使用液: 分别吸取标准储备液0 mL、0.5 mL、1 mL、1.5 mL、2.0 mL和2.5 mL,分别用甲醇定容至25 mL,此标准系列浓度为0 μ g/mL、20 μ g/mL、40 μ g/mL、60 μ g/mL、80 μ g/mL和100 μ g/mL,现配现用。

A. 3. 1. 2 仪器和设备

- A. 3. 1. 2. 1 高效液相色谱仪:配备紫外检测器。
- A. 3. 1. 2. 2 分析天平(感量0.0001 g)。
- A. 3. 1. 2. 3 分析天平(感量0.001 g)。
- A. 3. 1. 3 参考色谱条件
- A. 3. 1. 3. 1 色谱柱: C18, 4.6 mm×250 mm, 5 μm (或其他等效色谱柱)。
- A. 3. 1. 3. 2 流动相: 甲醇-水溶液, 体积比为65:35。
- A. 3. 1. 3. 3 进样量: 10 μL。
- A. 3. 1. 3. 4 流速: 1 mL/min。
- A. 3. 1. 3. 5 紫外检测波长: 280 nm。
- A. 3. 1. 3. 6 柱温箱温度: 30 ℃。

A. 3. 1. 4 分析步骤

A. 3. 1. 4. 1 试样液制备

准确称取适量试样 (辣椒素含量约 1%时称取 1.000 g,约 2%时称取 0.500 g,以此类推),用甲醇-四氢呋喃混合溶剂溶解并定容至 100 mL,经 0.45 μm 滤膜过滤后备用,此为试样液。

A. 3. 1. 4. 2 测定

按 A.3.1.3 参考色谱条件对试样液和标准使用液分别进行色谱分析。根据标准使用液中辣椒碱和二氢辣椒碱的含量绘制标准曲线,用标准物质色谱峰的保留时间定性,根据辣椒碱、二氢辣椒碱标准曲线及试样液中的峰面积定量。

A. 3. 1. 5 结果计算

试样中辣椒碱含量以质量分数 w_1 计,数值以克每千克(g/kg)表示,按公式(A.1)计算:

$$w_1 = \frac{c_1 \times V}{1000m} \tag{A.1}$$

式中:

 c_1 ——由标准曲线查到的辣椒碱含量,单位为微克每毫升($\mu g/mL$);

V——试样定容体积,单位为毫升 (mL);

1000---质量换算系数;

m——试样质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后三位。

试样中二氢辣椒碱含量以质量分数 w_2 计,数值以克每千克 (g/kg) 表示,按公式 (A.2) 计算:

$$w_2 = \frac{c_2 \times V}{1000m}$$
 (A.2)

式中:

 c_2 —由标准曲线查到的二氢辣椒碱含量,单位为微克每毫升 ($\mu g/mL$);

V——试样定容体积,单位为毫升 (mL);

1000——质量换算系数;

m——样品质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后三位。

试样中辣椒素含量以质量分数 w3 计,数值以%表示,按公式(A.3)计算:

$$w_3 = \frac{w_1 + w_2}{9}$$
 (A.3)

式中:

w₁——试样中辣椒碱含量,单位为克每千克 (g/kg);

w2——试样中二氢辣椒碱含量,单位为克每千克 (g/kg);

9——辣椒碱与二氢辣椒碱折算为辣椒素含量的系数。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的5%。

A. 3. 2 方法二

A. 3. 2. 1 试剂和材料

A. 3. 2. 1. 1 甲醇。

A. 3. 2. 1. 2 甲醇水溶液: 甲醇和水的体积比为7:3。

A. 3. 2. 1. 3 氢氧化钠溶液: 1mol/L。

A. 3. 2. 1. 4 盐酸溶液: 1mol/L。

A. 3. 2. 2 仪器和设备

分光光度计(配石英比色杯和氘灯)。

A. 3. 2. 3 分析步骤

准确称取适量试样(辣椒素含量约 1%时称取 5.00 g,约 2%时称取 2.50 g,以此类推)于 250 mL 具塞磨口锥形瓶中(试样流动性差时可提前在 50 ℃水浴中加热 1 min),准确加入 100 mL 甲醇水溶液,盖上瓶塞,振摇 20 min,静置 5 min 后过滤,过滤时盖住漏斗,防止溶剂挥发。弃去初滤液 25 mL,其余滤液混匀后,按表 A.1 要求制备试样液。

Many Mallimore Sale					
项目	1 [#] 并瓦	2 [#] 拖			
滤液	4.00 mL	4.00 mL			
去离子水	17.80 mL	16.80 mL			
1mol/L 盐酸溶液	1.00 mL	_			
1mol/L 氢氧化钠溶液	_	2.00 mL			
测定值	A_1	A_2			

表 A.1 试样液制备要求

2 个瓶中的试样液分别用甲醇定容至 100 mL 并摇匀,置于 1 cm 比色皿中,以甲醇做空白对照,分别在 248 nm 和 296 nm 处测定吸光度 A_1 、 A_2 、 A_1 、 A_2 。

A. 3. 2. 4 结果计算

辣椒素含量以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按公式(A.4)和公式(A.5)计算:

a) 248nm 处测得的辣椒素含量:

$$w_4 = \frac{(A_2 - A_1) \times 2500}{314 \times m}$$
 (A.4)

式中:

 A_1 —— $1^{\#}$ 瓶在 248 nm 处吸光度值;

 A_2 —— $2^{\#}$ 瓶在 248 nm 处吸光度值;

m — 试样质量的数值,单位为克 (g);

2500 — 试样的稀释倍数;

314 — 波长 248 nm 处辣椒素的百分吸光系数;

b) 296nm 处测得的辣椒素含量:

$$w_4 = \frac{(A_2' - A_1') \times 2500}{127 \times m}$$
 (A.5)

式中:

 A_1' —— 1^* 瓶在 296 nm 处吸光度值;

A₂—— 2[#]瓶在 296 nm 处吸光度值:

m — 试样质量的数值,单位为克 (g);

2500 — 试样的稀释倍数;

127 — 波长 296 nm 处辣椒素的百分吸光系数。

式(A.4)和式(A.5)计算结果相差不得超过算术平均值的5%,否则需重做。

实验结果以平行测定结果的算术平均值为准。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 10%。