

中华人民共和国国家标准

GB 1886.78—2016

食品安全国家标准

食品添加剂 番茄红素(合成)

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 番茄红素(合成)

1 范围

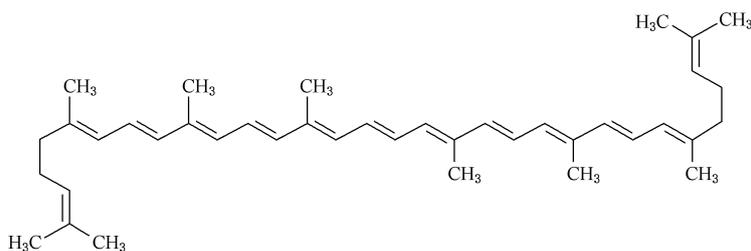
本标准适用于以食品的其他类胡萝卜素生产中常用的合成中间体为原料经维蒂希缩合反应制得的食品添加剂番茄红素。

2 分子式、结构式和相对分子质量

2.1 分子式



2.2 结构式



2.3 相对分子质量

536.87(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	红色至紫红色	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下观察其色泽和状态
状态	晶体	

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
番茄红素含量, $w/\%$	总番茄红素 \geq	96.0	附录 A 中 A.3
	全-反式-番茄红素 \geq	70.0	
干燥失重, $w/\%$	\leq	0.5	GB 5009.3 减压干燥法
阿朴-12'-番茄红素醛, $w/\%$	\leq	0.15	附录 A 中 A.4
三苯基氧磷(TPPO), $w/\%$	\leq	0.01	附录 A 中 A.5
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq	1.0	GB 5009.12
<p>注：商品化的番茄红素产品应以符合本标准的番茄红素为原料，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。</p>			

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。试剂中所用标准溶液、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 几乎不溶于水,溶于氯仿等有机溶剂。

A.2.2 对热、光、空气和湿度均敏感,容易氧化。

A.3 总番茄红素含量和全-反式-番茄红素含量的测定

A.3.1 方法提要

用高效液相色谱法在规定条件下测定总番茄红素含量和全-反式-番茄红素的含量。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 正己烷:色谱纯。

A.3.2.2 用 0.025% 特丁基对苯二酚稳定的四氢呋喃。

A.3.2.3 N-乙基-二异丙胺:色谱纯。

A.3.2.4 番茄红素标准品:纯度 $\geq 95\%$ 。

A.3.3 仪器和设备

A.3.3.1 紫外/可见分光光度计,配备 1 cm 吸收池。

A.3.3.2 高效液相色谱系统,配备合适的泵、进样器、色谱柱恒温箱和积分仪。

A.3.3.3 色谱柱:2 根相连的不锈钢柱(250.0 mm \times 4.0 mm)。

A.3.3.4 固定相:Nucleosil 300-5, 5 μm 。

A.3.3.5 参考色谱条件:

a) 流速:0.8 mL/min;

b) 进样量:20 μL ;

c) 柱温:20 $^{\circ}\text{C}$;

d) 检测波长:470 nm;

e) 流动相:0.15% (体积分数)N-乙基-二异丙胺的正己烷溶液。

A.3.3.6 高效液相色谱法测定用标准溶液:精密称取番茄红素标准品 5.5 mg~6.5 mg,置 100 mL 量瓶中,加入特丁基对苯二酚稳定的四氢呋喃 5 mL 使溶解,用正己烷稀释至刻度。作为高效液相色谱法测定用标准品溶液。

A.3.3.7 分光光度测定用标准溶液:精密量取高效液相色谱法测定用标准溶液(A.3.3.6)5.0 mL,置100 mL量瓶中,用正己烷稀释至刻度。作为分光光度测定用标准溶液。

A.3.3.8 试样溶液:精密称取试样4.5 mg~5.5 mg,置100 mL量瓶中,加入特丁基对苯二酚稳定的四氢呋喃5 mL使溶解,用正己烷稀释至刻度。

A.3.4 分析步骤与结果计算

A.3.4.1 分光光度法测定番茄红素

A.3.4.1.1 分析步骤

用1 cm吸收池,以正己烷为空白,在最大吸收波长处(大约470 nm)测定分光光度测定用标准溶液(A.3.3.7)的吸收值。

A.3.4.1.2 结果计算

标准溶液中番茄红素的浓度 c_{st} ,单位为毫克每升(mg/L),按式(A.1)计算:

$$c_{st} = \frac{A \times 10\,000}{3\,450} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

A ——最大吸收波长处的吸收度;

10 000——稀释系数;

3 450 ——全-反式-番茄红素在正己烷中的吸收系数 $A_{1\text{cm}}^{1\%}$ 。

A.3.4.2 高效液相色谱法分析测定

A.3.4.2.1 分析步骤

重复进样20 μL 高效液相色谱法测定用标准溶液,记录测定出的番茄红素异构体的总峰面积(除去溶剂峰),从重复进样中计算峰面积平均值,番茄红素响应因子 R_f ,按式(A.2)计算:

$$R_f = \frac{A_{st}}{c_{st} \times 20} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

A_{st} ——番茄红素总峰面积的平均值(AU);

c_{st} ——分光光度测定用标准溶液中番茄红素的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

20 ——由分光光度测定用标准溶液制备高效液相色谱法测定用标准溶液的稀释系数。

取试样溶液进样,并记录所有番茄红素异构体的峰面积。

A.3.4.2.2 结果计算

保留时间结果计算见表A.1。

表 A.1 保留时间

番茄红素异构体	相对保留时间 ^a	绝对保留时间(约)/min
13-顺式-番茄红素	0.6	14
9-顺式-番茄红素	0.8	19
全-反式-番茄红素	1.0	22
5-顺式-番茄红素	1.1	24

^a 相对于全-反式-番茄红素。

总番茄红素含量的质量分数 ω_1 ,按式(A.3)计算:

$$\omega_1 = \frac{(A_{trans} + A_{5cis} + A_{9cis} + A_{13cis} + A_{xcis}) \times 0.1 \times 100}{R_f \times W_s} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

- A_{trans} ——全-反式-番茄红素峰面积(AU);
- A_{5cis} ——5-顺式-番茄红素的峰面积(AU);
- A_{9cis} ——9-顺式-番茄红素的峰面积(AU);
- A_{13cis} ——13-顺式-番茄红素的峰面积(AU);
- A_{xcis} ——如检测到其他顺式异构体的峰面积(AU);
- 0.1 ——试样溶解的体积,单位为升(L);
- R_f ——番茄红素的响应因子(AU×L/mg);
- W_s ——试样取样量,单位为毫克(mg)。

全-反式-番茄红素含量的质量分数 ω_2 ,按式(A.4)计算:

$$\omega_2 = \frac{A_{trans} \times 0.1}{R_f \times W_s} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

- A_{trans} ——全-反式-番茄红素峰面积(AU);
- 0.1 ——试样溶解的体积,单位为升(L);
- R_f ——番茄红素的响应因子(AU×L/mg);
- W_s ——试样取样量,单位为毫克(mg)。

A.4 阿朴-12'-番茄红素醛(番茄红素 C25-醛)的测定

A.4.1 方法提要

高效液相色谱法。

A.4.2 试剂和材料(所有溶剂均应为色谱级)

- A.4.2.1 正己烷。
- A.4.2.2 三乙胺(TEA)。
- A.4.2.3 四氢呋喃。
- A.4.2.4 用特丁基对苯二酚稳定的甲苯(0.5 g 特丁基对苯二酚溶于 1 000 mL 甲苯中)。
- A.4.2.5 阿朴-12'-番茄红素醛标准品。

A.4.3 仪器和设备

- A.4.3.1 高效液相色谱系统,配备合适的泵、进样器和积分仪。
- A.4.3.2 色谱柱:不锈钢柱(200.0 mm×4.0 mm)。
- A.4.3.3 固定相:硅胶 Nucleosil Si 100 3 μm 。
- A.4.3.4 检测器:紫外/可见分光光度计,或可见分光光度计。
- A.4.3.5 高效液相色谱法条件:
 - a) 流速:2.0 mL/min;
 - b) 进样量:5.0 μL ;
 - c) 检测波长:435 nm;
 - d) 流动相:A——正己烷

B——正己烷：三乙胺(体积比 99.9：0.1)

C——正己烷：四氢呋喃(体积比 80：20)

梯度见表 A.2:

表 A.2 梯度

时间/min	A/%	B/%	C/%
0	80	20	0
16	60	20	20
22	40	20	40
24.5	80	20	0

A.4.4 分析步骤

A.4.4.1 标准品溶液的制备

精确称取阿朴-12'-番茄红素醛对照品 14.5 mg~15.5 mg,置 50 mL 量瓶中,用特丁基对苯二酚稳定的甲苯溶解并稀释至刻度。精密量取 2 mL,置 100 mL 量瓶中,用特丁基对苯二酚稳定的甲苯稀释至刻度。

A.4.4.2 试样溶液的制备

精密称取试样 29.0 mg~31.0 mg,置 10 mL 量瓶中,用特丁基对苯二酚稳定的甲苯溶解并稀释至刻度,超声处理 10 min。

A.4.5 结果计算

阿朴-12'-番茄红素醛的保留时间约为 14 min,其相对于全-反式-番茄红素的相对保留时间为 1.6 min。阿朴-12'-番茄红素醛的质量分数 w_3 ,按式(A.5)计算:

$$w_3 = \frac{A_s \times W_{st} \times 10}{A_{st} \times W_s \times 2\ 500} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.5)$$

式中:

A_s —— 试样峰面积;

W_{st} —— 标准品取样量,单位为毫克(mg);

10 —— 试样溶解的体积,单位为毫升(mL);

A_{st} —— 标准品峰面积;

W_s —— 试样取样量,单位为毫克(mg);

2 500——对照品溶解体积(50 mL)乘以稀释倍数(50)。

A.5 三苯基氧磷(TPPO)的测定

A.5.1 方法提要

在规定条件下用高效液相色谱法检测。

A.5.2 试剂和材料(所有试剂均应是色谱级)

A.5.2.1 正己烷。

A.5.2.2 异丙醇。

A.5.2.3 四氢呋喃。

A.5.2.4 三苯基氧磷(TPPO)(纯度 $\geq 99\%$)。

A.5.3 仪器和设备

A.5.3.1 高效液相色谱系统,配备合适的泵、进样器和积分仪。

A.5.3.2 色谱柱:不锈钢柱(150.0 mm \times 4.6 mm)。

A.5.3.3 固定相:硅胶基柱 Supelcosil Lc-Si, 5 μ m 或类似的柱。

A.5.3.4 检测器:紫外检测器。

A.5.3.5 高效液相色谱法条件:

- a) 柱温:20 $^{\circ}$ C;
- b) 流动相:异丙醇:正己烷(体积比 1:24);
- c) 流速:1.5 mL/min;
- d) 进样量:50 μ L;
- e) 检测波长:210 nm;
- f) TPPO 的保留时间大约为 8.1 min。

A.5.4 分析步骤

标准溶液:精密称取 10 mg 的 TPPO 标准品,用四氢呋喃溶解,定量移入 1 000 mL 容量瓶中,用四氢呋喃稀释至刻度。

试样溶液:精密称取 1 000 mg 的试样,用四氢呋喃溶解,定量移入 100 mL 容量瓶中,用四氢呋喃稀释至刻度。

A.5.5 结果计算

三苯基氧磷(TPPO)的质量分数 w_4 ,按式(A.6)计算:

$$w_4 = \frac{A_s \times W_{st} \times P_{st} \times 100}{A_{st} \times m_s \times 1\,000} \times 100\% \dots\dots\dots (A.6)$$

式中:

A_s ——试样的峰面积;

W_{st} ——标准品的质量,单位为毫克(mg);

P_{st} ——TPPO 标准品的纯度的比例(例如:如果标准物质的纯度为 99%,该数值应为 0.99);

A_{st} ——标准峰的面积;

m_s ——试样的质量,单位为毫克(mg);

100 ——换算系数;

1 000 ——换算系数。