

中华人民共和国国家标准

GB 14750—2010

食品安全国家标准 食品添加剂 维生素 A

2010-12-21 发布

2011-02-21 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

本标准代替 GB 14750—1993 《食品添加剂 维生素 A》。

本标准与 GB 14750—1993 相比，主要变化如下：

- 维生素 A 标示量由“不小于 95.0%”修改为“97.0%~103.0%”；
- 增加了薄层层析鉴别项目和试验方法；
- 增加了铅指标和试验方法；
- 增加了砷指标和试验方法；
- 增加了吸收系数比指标和试验方法。

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 14750-1993。

食品安全国家标准

食品添加剂 维生素 A

1 范围

本标准适用于以 β -紫罗兰酮为起始原料，经化学合成制得的食品添加剂维生素 A。

2 规范性引用文件

本标准中引用的文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

3 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

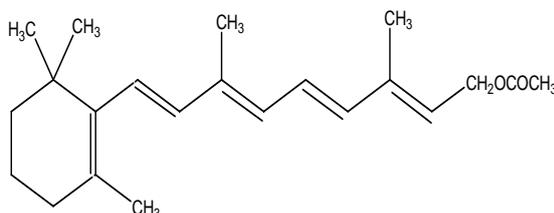
3.1 化学名称

反式-3,7-二甲基-9-(2,6,6-三甲基-1-环己烯基-1)-2,4,6,8-壬四烯乙酸酯

3.2 分子式



3.3 结构式



3.4 相对分子质量

328.49（按照 2007 年国际相对原子质量）

4 技术要求

4.1 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	淡黄色	取适量样品置于清洁、干燥的试管中，在自然光线下，观察其色泽和组织状态，嗅其气味。
气味	无酸败味，几乎无臭或有微弱的鱼腥味	
组织状态	油溶液，冷冻后可固化	

4.2 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
维生素 A (C ₂₂ H ₃₂ O ₂) 标示量 ^a , w/%	97.0~103.0	附录 A 中 A.4
酸值(以 KOH 计) (mg/g) ≤	2.0	附录 A 中 A.5
过氧化值试验	通过试验	附录 A 中 A.6
吸收系数比 ≥	0.85	A 附录 A 中.7
铅 (Pb) /(mg/kg) ≤	2	GB 5009.12
砷 (As) /(mg/kg) ≤	2	GB/T 5009.76
^a 每 1g 含维生素 A 10~100 万单位 (相当于每 1g 含维生素 A 30 mg~300mg)		

附 录 A

(规范性附录)

检验方法

A.1 安全提示

本标准试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,按相关规定操作,操作时须小心谨慎。若溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。在使用挥发性酸时,需在通风橱中进行。

A.2 一般规定

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—2008 规定的三级水。

试验方法中所用的标准滴定溶液,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/T601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

A.3 鉴别试验

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 三氯甲烷。

A.3.1.2 三氯化铈溶液: 250g/L 三氯甲烷溶液,如果需要,应过滤后使用。

A.3.1.3 展开剂: 环己烷-乙醚(4+1)。

A.3.1.4 三氯化铈试液: 200g/L 三氯甲烷溶液。如果需要,应过滤后使用。

A.3.2 呈色试验

A.3.2.1 方法提要

维生素 A 和亲电试剂氯化高铈作用形成不稳定的蓝色碳铈离子。

A.3.2.2 分析步骤

取 1 滴实验室样品,加 10mL 三氯甲烷,振摇使溶解;取出 2 滴,加 2mL 三氯甲烷、0.5mL 三氯化铈溶液,即显蓝色,渐变成紫红色。

A.3.3 薄层层析

A.3.3.1 方法提要

实验室样品溶液所显示主斑点与维生素 A 对照品溶液所显示主斑点的 R 值相同。

A.3.3.2 分析步骤

分别称取维生素 A 对照品和实验室样品约 15000 IU 置于 10mL 容量瓶中,用三氯甲烷溶解并稀释至刻度,然后在硅胶薄层板上分别点样 0.01mL,在展开剂中展开,展开后,晾干。用三氯化铈试液显色,呈蓝色斑点。实验室样品溶液所显示主斑点与对照品溶液所显主斑点的位置一致。

A.4 维生素 A 的测定

A.4.1 方法提要

维生素 A 分子中含有 5 个共轭双键,在 325nm~328nm 波长之间具有最大吸收峰,其最大吸收峰的位置随溶剂不同而异,因而可用于含量测定。本法是在三个波长处测得吸光度,

根据校正公式计算吸光度 A 校正值后,再计算含量。

A. 4. 2 试剂和材料

环己烷。

A. 4. 3 仪器和设备

紫外分光光度计。

A. 4. 4 测定方法

A. 4. 4. 1 分析步骤

取实验室样品适量,精确至 0.000 2 g,加环己烷溶解并定量稀释成 9~15 IU 的溶液,按照维生素 A 测定法(《中华人民共和国药典》2005 年版二部附录 VIIJ 维生素 A 测定法项下第一法)测定吸收峰的波长,并在表 A.1 所列波长处测定吸光度。计算各吸光度与波长 328nm 处的吸光度的比值和波长 328nm 处 $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ 值。

表 A.1 维生素 A 在不同波长的吸光度比值

波长 (nm)	吸光度比值
300	0.555
316	0.907
328	1.000
340	0.811
360	0.299

A. 4. 4. 2 结果计算

如果吸收峰波长在 326nm~329nm 之间,且所测得各波长吸光度比值不超过 A.1 中规定值的 ± 0.02 ,可用公式(A.1)计算含量:

$$x = E_{1\text{cm}}^{1\%} (328\text{nm}) \times 1900 \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

x ——每克样品中含有维生素 A 的 IU;

$E_{1\text{cm}}^{1\%}$ ——百分吸收系数。

如果吸收峰波长在 326nm~329nm 之间,但所测得的各波长吸光度比值超过表 A.1 中规定值的 ± 0.02 ,应按公式(A.2)求出校正后的吸光度,然后再计算含量。

$$A_{328}(\text{校正}) = 3.52 (2A_{328} - A_{316} - A_{340}) \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

$A_{328}(\text{校正})$ ——在波长 328nm 处校正后的吸光度;

A_{328} ——在波长 328nm 处的吸光度;

A_{316} ——在波长 316nm 处的吸光度;

A_{340} ——在波长 340nm 处的吸光度。

如果校正吸光度与未校正吸光度相差不超过 $\pm 3.0\%$,则不用校正吸光度,仍以未经校正的吸光度计算含量。

如果校正吸光度与未校正吸光度相差-15%至-3%之间,则以校正吸光度计算含量。

如果校正吸光度超过未校正吸光度的-15%或+3%之间，或者吸收峰波长不在 326nm~329nm 之间，则样品须按照《中华人民共和国药典》2005 年版二部附录 VIIJ 维生素 A 测定法项下第二法测定(A.4.4.3)。

两次平行测定的允许相对差在 3%以内。

A. 4. 4. 3 维生素 A 的测定第二法

精密称取实验室样品适量(约相当于维生素 A 总量 500 IU 以上，质量不多于 2g)，置皂化瓶中，加 30mL 乙醇与 3mL 氢氧化钾溶液(500g/L)，置水浴中煮沸回流 30min，冷却后，自冷凝管顶端加水 10mL 冲洗冷凝管内部管壁，将皂化液移至分液漏斗中(分液漏斗活塞涂以甘油淀粉润滑剂)，皂化瓶用水 60mL~100mL 分数次洗涤，洗液并入分液漏斗中，用不含过氧化物的乙醚振摇提取 4 次，每次振摇约 5min，第一次 60mL，以后各次 40mL，合并乙醚液，用水洗涤数次，每次约 100mL，洗涤应缓缓旋动，避免乳化，直至水层遇酚酞指示液不再显红色，乙醚液用铺有脱脂棉与无水硫酸钠的滤器滤过，滤器用乙醚洗涤，洗液与乙醚液合并，放入 250mL 容量瓶中，用乙醚稀释至刻度，摇匀；精密量取适量，置蒸发皿内，在水浴上低温蒸发至 5mL 后，置减压干燥器中，抽干，迅速加异丙醇溶解并定量稀释制成每 1mL 中含维生素 A 9~15 IU，照紫外-可见分光光度法(《中华人民共和国药典》2005 年版 附录 IV A)，在 300nm、310nm、325nm 与 334nm 四个波长处测定吸光度，并测定吸收峰的波长。吸收峰的波长应在 323nm~327nm 之间，且 300nm 波长处的吸光度与 325nm 波长处的吸光度的比值应不超过 0.73，按下式计算校正吸光度；

$$A_{325}(\text{校正}) = 6.815A_{325} - 2.555A_{310} - 4.260A_{334}$$

$$\text{每 1g 实验室样品中含有的维生素 A 的单位} = E_{1\text{cm}}^{1\%}(325\text{nm}, \text{校正}) \times 1830$$

如果校正吸光度在未校正吸光度的 100%±3% 以内，则仍以未经校正的吸光度计算含量。

如果吸收峰的波长不在 323nm~327nm 之间，或 300nm 波长处的吸光度与 325nm 波长处的吸光度的比值超过 0.73，则应自上述皂化后的乙醚提取液 250mL 中，另精密量取适量(相当于维生素 A 300~400 IU)，减压蒸去乙醚至约剩 5mL，再在氮气流下吹干，立即精密加入 3mL 甲醇，溶解后，精密量取 500μL，注入维生素 D 测定法(《中华人民共和国药典》2005 年版附录 VII K)第二法项下的净化用色谱柱系统，准确收集含有维生素 A 的流出液，在氮气流下吹干，而后按照上述方法自“迅速加异丙醇溶解”起，依法操作并计算含量。

注 1：甘油淀粉润滑剂 取甘油 22g，加入可溶性淀粉 9g，加热至 140℃，保持 30min 并不断搅拌，放冷，即得。

注 2：不含过氧化物的乙醚 照麻醉乙醚项下的过氧化物检查，如不符合规定，可用 5% 硫代硫酸钠溶液振摇，静置，分取乙醚层，再用水振摇洗涤 1 次，重蒸，弃去首尾 5% 部分，馏出的乙醚再检查过氧化物，应符合规定。

A. 5 酸值的测定

A. 5. 1 试剂和材料

A. 5. 1. 1 乙醇。

A. 5. 1. 2 乙醚。

A. 5. 1. 3 氢氧化钠标准滴定溶液：c(NaOH)=0.1mol/L。

A. 5. 1. 4 酚酞指示液：10g/L 乙醇溶液。

A. 5. 2 分析步骤

分别取 15mL 乙醇和乙醚，置于锥形瓶中，加 5 滴酚酞指示液，滴加氢氧化钠标准滴定溶液（0.1mol/L）至微显粉红色，再加 2.0g 实验室样品，振摇使完全溶解，用氢氧化钠标准滴定溶液（0.1mol/L）滴定。

A. 5.3 结果计算

酸值（以 KOH 计） w ，数值以毫克每克（mg/g）表示，按公式（A.3）计算：

$$w = \frac{V \times c \times M}{m} \dots\dots\dots (A. 3)$$

式中：

V ——实验室样品消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——氢氧化钠标准滴定溶液实际浓度的数值，单位为摩尔毫升（mol/L）；

m ——实验室样品质量的数值，单位为克（g）；

M ——氢氧化钾的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=56.1$ ）。

A. 6 过氧化值的测定

A. 6.1 试剂和材料

A. 6.1.1 冰乙酸。

A. 6.1.2 三氯甲烷。

A. 6.1.3 碘化钾溶液：取碘化钾适量，制成饱和溶液。

A. 6.1.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1\text{mol/L}$ ，标定后稀释成 0.01mol/L 的浓度待用。

A. 6.1.5 淀粉指示液：5g/L。

A. 6.2 分析步骤

称取约 1.0g 实验室样品，精确至 0.000 2g。加 30mL 冰乙酸-三氯甲烷（6+4），振摇使溶解，加 1mL 碘化钾溶液，振摇 1min，加 100mL 水与 1mL 淀粉指示液，用硫代硫酸钠标准滴定溶液（0.01mol/L）滴定，至紫蓝色消失，并将滴定的结果用空白试验校正，消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液（0.01mol/L）不得超过 1.5mL。

A. 7 吸收系数比

在含量测定项下，实验室样品溶液在 328nm 处测定校正吸收值与直接吸收值之比不低于 0.85。如果吸收峰在 326nm~329nm 之间，且测得各吸光度比值不超过规定值的 ± 0.02 ，不用计算吸收系数比。