

中华人民共和国国家标准

GB 1886.345—2021

食品安全国家标准 食品添加剂 桑椹红

2021-02-22 发布

2021-08-22 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国家市场监督管理总局 发布

食品安全国家标准

食品添加剂 桑椹红

1 范围

本标准适用于以桑椹(*Fructus Mori*)果实及其果渣为原料,用含柠檬酸等酸和食用乙醇的水溶液,经提取、精制而得食品添加剂桑椹红。

2 分子式、结构式

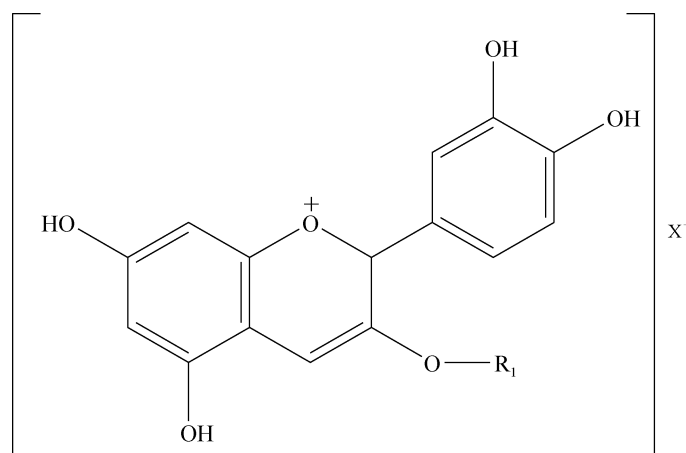
2.1 分子式

矢车菊色素 3-葡萄糖苷: $[C_{21}H_{21}O_{12}]^+ X^-$

矢车菊色素 3-芸香糖苷: $[C_{27}H_{31}O_{15}]^+ X^-$

X^- 为平衡离子。

2.2 结构式



矢车菊色素 3-葡萄糖苷: $R_1 =$ 葡萄糖基

矢车菊色素 3-芸香糖苷: $R_1 =$ 芸香糖基

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	紫红色或紫黑色	取适量试样置于清洁、干燥的烧杯中,在自然光线下,观察其色泽、状态,在无异味环境中,嗅其气味
状态	粉末或黏稠状液体	
气味	轻微特征性气味	

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
干燥减量 ^a , w/%	≤ 8.0	GB 5009.3 第一法
色价 $E_{1\%}^{1\text{cm}}$ (510 nm~530 nm)	符合声称	附录 A 中 A.3
二氧化硫/(mg/kg)	≤ 50(以一个色价计进行换算)	附录 A 中 A.4
pH(10 g/L 水溶液)	2.0~5.0	附录 A 中 A.5
灼烧残渣, w/%	≤ 5.0	附录 A 中 A.6
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 2.0	GB 5009.75 或 GB 5009.12
砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤ 1.0	GB 5009.76 或 GB 5009.11
注: 商品化的桑椹红产品应以符合本标准的桑椹红为原料,可添加葡聚糖、食用糊精、符合食品添加剂质量规格要求的抗氧化剂等辅料而制成,其色价应符合声称。		
^a 仅适用于粉末产品。		

附录 A

检验方法

警示:本标准的检验方法中使用的部分试剂具有毒性或者腐蚀性,操作时应采取适当的安全和防护措施。

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、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 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 三氟乙酸:色谱纯。

A.2.1.2 乙腈:色谱纯。

A.2.1.3 氢氧化钠溶液:2 mol/L。

A.2.1.4 盐酸溶液:2 mol/L。

A.2.1.5 磷酸氢二钠溶液:0.2 mol/L。精确称取磷酸氢二钠($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)71.64 g,用水溶解并定容至 1 000 mL。

A.2.1.6 柠檬酸溶液:0.1 mol/L。精确称取柠檬酸($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$)21.01 g,用水溶解并定容至 1 000 mL。

A.2.1.7 柠檬酸-磷酸氢二钠缓冲溶液:pH 3.0。量取 0.2 mol/L 磷酸氢二钠溶液 41 mL 与 0.1 mol/L 柠檬酸溶液 159 mL 混合而成。

A.2.1.8 三氟乙酸溶液:0.1%(体积分数)。

A.2.1.9 提取溶剂:三氟乙酸溶液+乙腈(75+25)。

A.2.1.10 矢车菊色素 3-葡萄糖苷对照品: CAS:7084-24-4,纯度 $\geq 98\%$ 。

A.2.1.11 矢车菊色素 3-芸香糖苷对照品: CAS:18719-76-1,纯度 $\geq 98\%$ 。

A.2.2 仪器和设备

A.2.2.1 紫外分光光度计。

A.2.2.2 比色皿:1 cm。

A.2.2.3 液相色谱仪:配有紫外-可见或二极管阵列检测器。

A.2.3 鉴别方法

A.2.3.1 颜色反应

称取 0.1 g 试样,精确至 0.01 g,加入 50 mL 水溶解,剧烈摇动,必要时过滤。使用氢氧化钠溶液(A.2.1.3)和盐酸溶液(A.2.1.4)调节溶液 pH,在酸性条件下,溶液应呈鲜艳的玫瑰色;在中性条件下,溶液呈紫色;在碱性条件下,溶液呈紫黑色。

A.2.3.2 吸光度试验

称取 0.1 g 试样,精确至 0.001 g,用柠檬酸-磷酸氢二钠缓冲溶液(A.2.1.7)溶解并稀释定容至 100 mL,将试样溶液注入 1 cm 比色皿,以柠檬酸-磷酸氢二钠缓冲溶液(A.2.1.7)为空白测定吸光度,此试样溶液在 510 nm~530 nm 范围内应有最大吸收峰。剩余试样溶液用于色价的测定。

A.2.3.3 色谱试验

A.2.3.3.1 试样溶液的制备

固体试样:称取 0.5 g 试样,精确至 0.001 g,溶于提取溶剂(A.2.1.9),定容至 100 mL,经 0.45 μm 滤膜过滤。

液体试样:称取 1 g 试样,精确至 0.001 g,溶于提取溶剂(A.2.1.9),定容至 10 mL,经 0.45 μm 滤膜过滤。

A.2.3.3.2 对照品溶液的制备

分别称取矢车菊色素 3-葡萄糖苷(A.2.1.10)和矢车菊色素 3-芸香糖苷(A.2.1.11)各 10 mg(精确至 0.001 g),溶于提取溶剂(A.2.1.9),定容至 100 mL,经 0.45 μm 滤膜过滤。

A.2.3.3.3 参考色谱条件

A.2.3.3.3.1 色谱柱: C_{18} 反相色谱柱($\phi 3\text{ mm}\times 150\text{ mm}, 3.5\ \mu\text{m}$),或其他等效的色谱柱。

A.2.3.3.3.2 流动相 A:三氟乙酸溶液(A.2.1.8)。

A.2.3.3.3.3 流动相 B:乙腈(A.2.1.2)。

A.2.3.3.3.4 流速:0.4 mL/min。

A.2.3.3.3.5 检测波长:520 nm。

A.2.3.3.3.6 进样体积:2 μL 。

A.2.3.3.3.7 柱温:35 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.2.3.3.3.8 等度洗脱条件:流动相 A+流动相 B=89+11。

A.2.4 分析步骤

在 A.2.3.3.3 参考色谱条件下,矢车菊色素 3-葡萄糖苷、矢车菊色素 3-芸香糖苷对照品溶液和试样溶液分别进样。

A.2.5 结果判定

试样溶液色谱图中应出现两个明显主峰,且两个主峰的保留时间应与矢车菊色素 3-葡萄糖苷和矢车菊色素 3-芸香糖苷对照品保留时间一致。

A.3 色价的测定

A.3.1 试剂和材料

柠檬酸-磷酸氢二钠缓冲溶液:pH 3.0。同 A.2.1.7。

A.3.2 仪器和设备

A.3.2.1 紫外分光光度计。

A.3.2.2 比色皿:1 cm。

A.3.3 分析步骤

将试样溶液(A.2.3.2)注入1 cm比色皿中,以柠檬酸-磷酸氢二钠缓冲溶液(A.2.1.7)为空白,用分光光度计于510 nm~530 nm范围内的最大吸收波长处测定吸光度(吸光度值应控制在0.2~0.7,否则应调整试样溶液浓度,再重新测定吸光度)。

A.3.4 结果计算

色价以被测试样溶液浓度为10%、用1 cm比色皿、在510 nm~530 nm范围内的最大吸收波长处测定吸光度 $E_{1\text{ cm}}^{10\%}$ (510 nm~530 nm)计,按式(A.1)计算。

$$E_{1\text{ cm}}^{10\%}(510\text{ nm} \sim 530\text{ nm}) = \frac{A}{c} \times \frac{10}{100} \quad \dots\dots\dots(A.1)$$

式中:

- A ——被测试样溶液的吸光度;
- c ——被测试样溶液的浓度,单位为克每毫升(g/mL);
- 10/100 ——浓度换算系数。

试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与算术平均值的比值不大于2.5%。

A.4 二氧化硫的测定

A.4.1 测定方法

采用GB 5009.34测得试样中的二氧化硫总含量,然后按式(A.2)换算成以一个色价计的二氧化硫含量。

A.4.2 结果计算

二氧化硫含量是以一个色价产品中的二氧化硫质量分数 y 计,单位为毫克每千克(mg/kg),按式(A.2)计算。

$$y = \frac{x \times 1\ 000}{E_{1\text{ cm}}^{10\%}(510\text{ nm} \sim 530\text{ nm})} \quad \dots\dots\dots(A.2)$$

式中:

- x ——按照GB 5009.34蒸馏法测得的试样中二氧化硫总含量,单位为克每千克(g/kg);
- 1 000 ——单位换算系数;
- $E_{1\text{ cm}}^{10\%}(510\text{ nm} \sim 530\text{ nm})$ ——被测试样的色价。

试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得超过算术平均值的10%。

A.5 pH的测定

A.5.1 仪器设备

酸度计。

A.5.2 测定方法

称取 1 g 试样,精确至 0.01 g,完全溶解于蒸馏水中,并定容至 100 mL,用酸度计测定其 pH。

试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得超过 0.1 pH。

A.6 灼烧残渣的测定

A.6.1 仪器设备

A.6.1.1 坩埚。

A.6.1.2 高温炉。

A.6.1.3 干燥器。

A.6.2 测定方法

称取 3 g 试样,精确至 0.001 g,置于已在 800 °C ± 25 °C 恒重的坩埚中,先在电炉上缓慢炭化(约 300 °C),再移入 800 °C ± 25 °C 高温炉中灼烧至恒重。

A.6.3 结果计算

灼烧残渣的质量分数 ω_1 按式(A.3)计算。

$$\omega_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_3 - m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

m_1 ——坩埚和灼烧残渣的质量,单位为克(g);

m_2 ——坩埚的质量,单位为克(g);

m_3 ——坩埚和试样的质量,单位为克(g)。

试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得超过算术平均值的 10%。