



中华人民共和国国家标准

GB 28316—2012

食品安全国家标准 食品添加剂 番茄红

2012-04-25 发布

2012-06-25 实施

中华人民共和国卫生部 发布

食品安全国家标准

食品添加剂 番茄红

1 范围

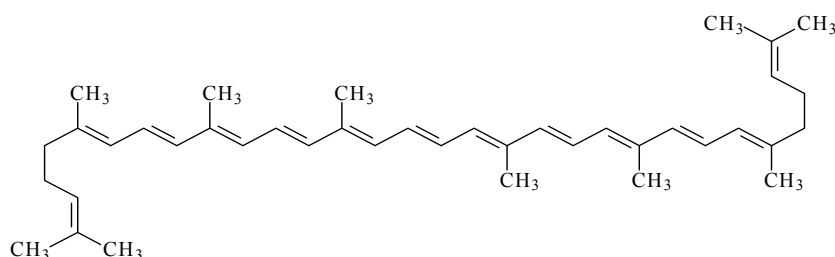
本标准适用于以番茄 (*Lycopersicon*) 或番茄制品为原料, 以超临界流体 (包括二氧化碳等) 或有机溶剂为萃取介质制备的食品添加剂番茄红。

2 分子式、结构式、相对分子质量

2.1 分子式

番茄红素: $C_{40}H_{56}$

2.2 结构式



全反式番茄红素化学结构式

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: 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	取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中, 在自然光线下, 观察其色泽和状态
状态	膏状物或油状液体或粉末 (晶体)	

3.2 理化指标: 应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项 目	指 标	检测方法	
番茄红素含量, w/%	≥	5.0	附录 A 中 A.3
总类胡萝卜素含量, w/%	≥	5.5	附录 A 中 A.4
铅 (Pb) / (mg/kg)	≤	1.0	GB 5009.12
总砷 (以 As 计) / (mg/kg)	≤	3.0	GB/T 5009.11
残留溶剂 ^{a/} (mg/kg)	≤	50 ^b	乙酸乙酯: 附录 A 中 A.5 正己烷: GB/T 5009.37 残留溶剂
注: 商品化的番茄红产品应以符合本标准的番茄红为原料, 可添加符合食品添加剂质量规格要求的明胶、抗氧化剂和(或)食用的糊精、植物油、淀粉而制成, 其番茄红素含量和总类胡萝卜素含量符合标识值。			
^a 超临界流体萃取的产品除外。			
^b 乙酸乙酯和正己烷单独或两者之和。			

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—2008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

易溶于乙酸乙酯和正己烷,部分溶于乙醇和丙酮,不溶于水。

A.2.2 颜色反应

称取约0.01 g试样,溶于10 mL丙酮中,形成橙红色透明溶液,向其中连续滴加等体积的5% 硝酸钠溶液(5 g溶于100 mL水中)和 1 mol/L 硫酸溶液,试样溶液的颜色变浅。

A.2.3 特征吸收峰

取适量试样,溶于正己烷中,此试样溶液在446 nm、472 nm、505 nm附近波长处有特征吸收峰。

A.3 番茄红素含量的测定

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 二氯甲烷:色谱纯。

A.3.1.2 乙腈:色谱纯。

A.3.1.3 乙酸乙酯:色谱纯。

A.3.1.4 水:一级水。

A.3.1.5 乙醇。

A.3.1.6 石油醚:沸程 60℃~90℃。

A.3.1.7 2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)。

A.3.1.8 番茄红素对照品:纯度≥90%。

A.3.2 仪器和设备

A.3.2.1 高效液相色谱仪。

A.3.2.2 紫外-可见分光光度计。

A.3.3 参考色谱条件

A.3.3.1 色谱柱:固定相为 C18, 250 mm×4.6 mm, 5 μm; 或其他等效的色谱柱。

A.3.3.2 柱温: 25℃。

A.3.3.3 检测器:紫外/可见光检测器或二极管阵列检测器。

A.3.3.4 检测波长: 472 nm。

A.3.3.5 流动相:流动相A为乙腈溶液(9+1),流动相B为乙酸乙酯。洗脱条件为二元线性梯度:流动相B在20 min内由0%上升到100%,20 min后流动相B保持100%运行5 min。

A.3.3.6 流速: 1.0 mL/min。

A.3.3.7 进样量: 10 μL。

A.3.4 分析步骤

A.3.4.1 BHT 溶液的配制

准确称量2.5 g BHT 置于500 mL 棕色容量瓶中，用二氯甲烷定容，浓度为5000 mg/L，密闭避光放置，可稳定储存3个月。

A.3.4.2 番茄红素对照品溶液的配制

分别称取10 mg 番茄红素对照品和20 mg BHT，精确至0.000 1 g，取少量二氯甲烷溶解后，转移至100 mL棕色容量瓶中，用二氯甲烷定容，混合均匀。由于番茄红素不稳定，番茄红素对照品溶液使用前应采用A.3.4.3方法标定其纯度。番茄红素对照品溶液应在-20℃条件下储存，24 h内可使用。

A.3.4.3 番茄红素对照品溶液的标定

量取1 mL (V_A) 番茄红素对照品溶液，置于50 mL (V_B) 棕色容量瓶中，加入5 mL 乙醇和5 mL BHT 溶液，用石油醚定容，混匀。将此溶液置于1 cm 比色皿中，以石油醚作空白对照，用紫外-可见分光光度计在472 nm附近的最大吸收波长处测定吸光度。吸光度应控制在0.3~0.7之间，否则应调整溶液浓度，再重新测定吸光度。番茄红素对照品溶液中番茄红素浓度以 c_{ST} 计，单位为毫克每升(mg/L)，按公式(A.1)计算：

$$c_{ST} = \frac{A_{max} \times D \times 10000}{3450} \dots\dots\dots(A.1)$$

式中：

A_{max} —— 番茄红素对照品溶液在472 nm 附近的最大吸收波长处测得的吸光度值；

D —— 稀释因子 (V_B/V_A)；

10000 —— 浓度换算因子；

3450 —— 番茄红素的吸光系数。

A.3.4.4 标准曲线的制备

分别吸取适量番茄红素对照品溶液，用二氯甲烷稀释，并用棕色容量瓶定容，配制成浓度分别为1.0 μg/mL、5.0 μg/mL、10.0 μg/mL、20.0 μg/mL、30.0 μg/mL、40.0 μg/mL、50.0 μg/mL系列的番茄红素标准溶液。在A.3.3参考色谱条件下，对系列的番茄红素标准溶液进行色谱分析，得到峰面积值-番茄红素浓度的标准曲线图。

A.3.4.5 试样液的配制

取适量试样置于玻璃容器中，于60℃水浴中30 min融化。称取融化后的试样1.0 g~1.2 g，精确至0.000 1 g，用少量二氯甲烷溶解后转移至100 mL 棕色容量瓶中，加入10 mL BHT溶液，超声混匀，冷却至室温，用二氯甲烷定容。再取1 mL置于50 mL 棕色容量瓶中，用二氯甲烷定容，混匀后用于高效液相色谱分析。

A.3.4.6 测定

在A.3.3参考色谱条件下，对试样液进行色谱分析，以保留时间和光谱特征定性，以试样中番茄红素组分峰面积与标准曲线比较定量。

A.3.5 结果计算

番茄红素含量以质量分数 w_1 计，数值以%表示，按公式(A.2)计算：

$$w_1 = \frac{c \times V}{m \times 1000 \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots(A.2)$$

式中：

c —— 根据标准曲线查得的试样液中番茄红素浓度的数值，单位为微克每毫升(μg/mL)；

V —— 试样定容体积的数值，单位为毫升(mL)；

m —— 试样质量的数值，单位为克(g)；

1000×1000 —— 质量换算因子。

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5%。

A.4 总类胡萝卜素含量的测定

A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 二氯甲烷。

A.4.1.2 2,6-二叔丁基对甲酚 (BHT)。

A.4.1.3 乙醇

A.4.1.4 石油醚

A.4.1.5 BHT 溶液: 准确称量2.5 g BHT 置于500 mL 棕色容量瓶中, 用二氯甲烷定容, 浓度为5000 mg/L, 密闭避光放置, 可稳定储存3个月。

A.4.2 仪器和设备

紫外-可见分光光度计。

A.4.3 分析步骤

A.4.3.1 试样液的制备

取适量试样置于玻璃容器中, 60 °C 水浴30 min 融化。称取融化后的试样1.0 g~1.2 g, 精确至0.000 1 g, 取少量二氯甲烷溶解后置于100 mL 棕色容量瓶中, 加入10 mL BHT溶液, 超声混匀, 冷却至室温, 二氯甲烷定容 (溶液A)。从溶液A 中转移5 mL (V_C), 置于50 mL (V_D) 棕色容量瓶中, 二氯甲烷定容 (溶液B)。转移2 mL (V_E) 溶液B 置于100 mL 棕色容量瓶 (V_F) 中, 添加10 mL 乙醇, 石油醚定容, 混合均匀, 记作溶液C。

A.4.3.2 测定

采用紫外-可见分光光度计扫描, 1 cm 比色皿, 波长范围300 nm~550 nm, 石油醚作空白, 记录溶液C 的最大吸光度 (吸光度应控制在0.2~0.8之间)。

A.4.3.3 结果计算

总类胡萝卜素含量以番茄红素的质量分数 w_2 计, 数值以%表示, 按公式 (A.3) 计算:

$$w_2 = \frac{A \times D}{m_s \times 3450} \times 100 \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

A —— 溶液C 的最大吸光度值;

m_s —— 试样质量的数值, 单位为克 (g);

D —— 稀释因子 [$(V_F \times V_D) / (V_E \times V_C)$];

3450 —— 番茄红素的吸光系数。

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得超过算术平均值的2%。

A.5 乙酸乙酯的测定

A.5.1 仪器和设备

配备顶空进样器和氢火焰离子检测器 (FID) 的气相色谱仪。

A.5.2 参考色谱条件

A.5.2.1 色谱柱: 交联键合5%二苯基~95%聚二甲基硅氧烷固定液的石英毛细管柱, 30 m×0.53 mm, 膜厚3.0 μm; 或其他等效的色谱柱。

A.5.2.2 载气: 氮气。

A.5.2.3 载气流量: 4.0 mL/min。

A.5.2.4 进样口温度: 180 °C。

A. 5.2.5 柱温：73 °C，保持5 min，以25 °C/min的速率升温至160 °C，保持1 min。

A. 5.2.6 检测器温度：230 °C。

A. 5.2.7 进样体积：1 mL 定量环。

A. 5.2.8 分流比：1 : 6。

A. 5.3 顶空条件

A. 5.3.1 顶空瓶平衡温度及时间：70 °C，120.0 min。

A. 5.3.2 定量环温度：100 °C。

A. 5.3.3 传输线温度：110 °C。

A. 5.3.4 混合方式：每30 min搅拌1 min。

A. 5.3.5 加压时间：0.2 min。

A. 5.3.6 定量环填充时间：0.2 min。

A. 5.3.7 定量环平衡时间：0.05 min。

A. 5.3.8 进样时间：1.0 min。

A. 5.3.9 顶空瓶压力：95.15kPa (13.8 psi)。

A. 5.3.10 进样量：1 mL。

A. 5.4 分析步骤

A. 5.4.1 对照液制备

A. 5.4.1.1 乙酸乙酯贮备液A(10,000 mg/kg)

在天平上放置一空量瓶，扣除瓶重后精密加入乙酸乙酯500 mg，再精密加入邻苯二甲酸二乙酯使得溶剂量达到50.00 g，精确至0.1 mg，超声混匀。此溶液在室温环境下可稳定存放2个月。

A. 5.4.1.2 乙酸乙酯贮备液B(100 mg/kg)

在天平上放置一空量瓶，扣除瓶重后精密加入乙酸乙酯贮备液A 500 mg，再精密加入邻苯二甲酸二乙酯使得溶剂量达到50.00 g，精确至0.1 mg，超声混匀。此溶液在室温环境下可稳定存放2个月。

A. 5.4.1.3 乙酸乙酯标准溶液C(5 mg/kg)

在天平上放置一空顶空瓶，扣除瓶重后精密加入乙酸乙酯贮备液B 500 mg，再精密加入邻苯二甲酸二乙酯使得溶剂量达到10.00 g，精确至0.1 mg，放入1个12 mm~15 mm的磁力搅拌棒。密封，混匀。

A. 5.4.1.4 乙酸乙酯标准溶液D(10 mg/kg)

在天平上放置一空顶空瓶，扣除瓶重后精密加入乙酸乙酯贮备液B 1000 mg，再精密加入邻苯二甲酸二乙酯使得溶剂量达到10.00 g，精确至0.1 mg，放入1个12 mm~15 mm的磁力搅拌棒。密封，混匀。

A. 5.4.1.5 乙酸乙酯标准溶液E(17.5 mg/kg)

在天平上放置一空顶空瓶，扣除瓶重后精密加入乙酸乙酯贮备液B 1750 mg，再精密加入邻苯二甲酸二乙酯使得溶剂量达到10.00 g，精确至0.1 mg，放入1个12 mm~15 mm的磁力搅拌棒。密封，混匀。

A. 5.4.1.6 乙酸乙酯标准溶液F(25 mg/kg)

在天平上放置一空顶空瓶，扣除瓶重后精密加入乙酸乙酯贮备液B 2500 mg，再精密加入邻苯二甲酸二乙酯使得溶剂量达到10.00 g，精确至0.1 mg，放入1个12 mm~15 mm的磁力搅拌棒。密封，混匀。

A. 5.4.2 试样液制备

测定前，取约30 g试样，加热至40 °C~50 °C，机械搅拌。趁热精密称取5000 mg，置于1个预先称重的顶空瓶中，精密加入邻苯二甲酸二乙酯，使试样和溶剂的总重为10.00 g，精确至0.1 mg，放入1个12 mm ~ 15 mm的磁力搅拌棒。密封，混匀。

A. 5.4.3 测定

取乙酸乙酯标准溶液C、D、E、F和试样液，按A.5.3和A.5.2分别进样。

A. 5.5 结果计算

乙酸乙酯含量以质量分数 w_3 计，数值以毫克每千克(mg/kg)表示，按公式(A.4)计算：

$$w_3 = A_s \times \left(\frac{C_{ST}}{A_{ST}} \right) \times \frac{m_1}{m_2} \dots\dots\dots (A.4)$$

式中：

A_s —— 试样液中乙酸乙酯色谱峰的峰面积；

C_{ST}/A_{ST} —— 根据乙酸乙酯标准溶液C、D、E、F相应浓度和峰面积计算得到的浓度/峰面积比的平均值；

m_1 —— 试样液的总重，单位为克(g)；

m_2 —— 试样质量，单位为克(g)。