

中华人民共和国国家标准

GB 8821—2010

食品安全国家标准
食品添加剂 β -胡萝卜素

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 GB8821—1988《食品添加剂 β-胡萝卜素》。

本标准与 GB8821—1988 相比，主要变化如下：

- 感官要求中增加紫红色或红色结晶，取消溶解度；
- 鉴别项 $A_{455\text{nm}} \times 10 / A_{340\text{nm}} \geq 15$ 修改为 $A_{455\text{nm}} / A_{340\text{nm}} \geq 1.5$ ；
- 溶解性试验修改为澄清度试验；
- 增加了干燥减量指标及相应的试验方法；
- 重金属指标由 $\leq 10 \text{ mg/kg}$ 修改为 $\leq 5 \text{ mg/kg}$ ；
- 砷指标由 $\leq 3 \text{ mg/kg}$ 修改为 $\leq 2 \text{ mg/kg}$ 。

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：

- GB8821—1988。

食品安全国家标准

食品添加剂 β -胡萝卜素

1 范围

本标准适用于以维生素 A 乙酸酯为起始原料，以化学合成法制得的食品添加剂 β -胡萝卜素。

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

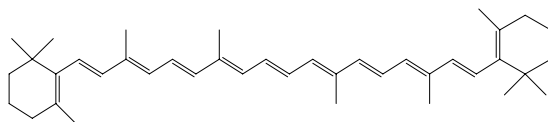
3.1 化学名称

全反式-1,1'-(3,7,12,16-四甲基-1,3,5,7,9,11,13,15,17-十八碳九烯-1,18-二基)双[2,6,6-三甲基环己烯]

3.2 分子式

$C_{40}H_{56}$

3.3 结构式



3.4 相对分子质量

536.88（按 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	紫红色或红色	取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，观察其色泽和组织状态，嗅其气味。
气味	无臭	
组织状态	结晶或结晶性粉末	

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
β -胡萝卜素（以干基计），w/%	96.0~101.0	附录 A 中 A.4
灼烧残渣，w/% \leq	0.2	附录 A 中 A.5
澄清度试验	通过试验	附录 A 中 A.8
干燥减量，w/% \leq	0.2	附录 A 中 A.9
熔点 $^{\circ}\text{C}$	176~182	附录 A 中 A.10
重金属（以 Pb 计）/(mg/kg) \leq	5	附录 A 中 A.6
砷（As）/(mg/kg) \leq	2	附录 A 中 A.7

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，操作时需小心谨慎。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，要在通风橱中进行。

A.2 一般规定

本标准所用试剂除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。

试验方法中所需标准滴定溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 603 之规定制备。

A.3 鉴别试验

A.3.1 方法原理

β -胡萝卜素是共轭双键化合物，在其紫外吸收光谱中有三个吸收峰（455 nm，483 nm，340 nm），用 $A_{455\text{nm}}/A_{340\text{nm}}$ 及 $A_{455\text{nm}}/A_{483\text{nm}}$ 的比值来控制 β -胡萝卜素的顺式异构体及类 β -胡萝卜素。

A.3.2 试剂和材料

A.3.2.1 环己烷。

A.3.2.2 三氯甲烷。

A.3.3 仪器和设备

A.3.3.1 紫外分光光度仪。

A.3.3.2 石英池（1 cm）。

A.3.4 分析步骤

A.3.4.1 样品溶液的制备

溶液 A：取约 50 mg 实验室样品，精确至 0.000 1 g，置 100 mL 棕色容量瓶中，加三氯甲烷 10 mL，溶解后，立即用环己烷稀释至刻度，摇匀。精密量取其 5.0 mL，置 100 mL 棕色容量瓶中，用环己烷稀释至刻度，摇匀，即得。

溶液 B：取 5.0 mL 溶液 A，置 50 mL 棕色容量瓶中，用环己烷稀释至刻度，摇匀，即得。

A.3.4.2 紫外光吸收度的测定

取溶液 B 在波长 455 nm \pm 1 nm、483 nm \pm 1 nm 处分别测定吸光度 (A)， $A_{455\text{nm}}/A_{483\text{nm}}$ 的比值应在 1.14~1.18。

取溶液 B 在波长 455 nm \pm 1 nm、溶液 A 在波长 340 nm \pm 1 nm 处分别测定吸光度 (A)， $A_{455\text{nm}}/A_{340\text{nm}}$ 的比值不低于 1.5。

A.4 β -胡萝卜素的测定

A.4.1 方法原理

β -胡萝卜素是共轭双键化合物，在波长 455 nm 处有最大吸收，将样品溶液于该波长处测定吸光度，以百分吸收系数（ $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ ）计算质量分数。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 环己烷。

A.4.2.2 三氯甲烷。

A.4.3 仪器和设备

同 A.3.3。

A.4.4 分析步骤

取 A.3.4.1 中溶液 B，以环己烷为空白对照，在波长 $455\text{ nm}\pm 1\text{ nm}$ 处测定吸光度（A）。

A.4.5 结果计算

根据实验室样品的吸收值计算 β -胡萝卜素的质量分数 w_1 ，数值以%表示，按公式（A.1）计算

$$w_1 = 20000 \times \frac{A}{m \times (1 - w_2) \times 2500 \times 100} \times 100\% \quad \dots\dots\dots \text{(A.1)}$$

式中：

A ——实验室样品溶液吸光度数值；

m ——实验室样品的质量数值，单位为克（g）；

20000 ——实验室样品稀释的总体积，单位为毫升（mL）；

2500 —— β -胡萝卜素的百分吸收系数（ $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ ）；

w_2 ——A.9 测得的干燥减量的数值，%。

A.5 灼烧残渣的测定

A.5.1 方法原理

样品加硫酸经灼烧后所留的硫酸盐，用重量法测定。

A.5.2 分析步骤

称取约 2.0 g 实验室样品，精确至 0.000 1 g，置于已在 $550^\circ\text{C}\pm 50^\circ\text{C}$ 灼烧至恒重的瓷坩埚中，用小火缓缓加热至完全炭化，放冷后，加 1.0 mL 硫酸使湿润，低温加热至硫酸蒸气除尽后，移入高温炉中，在 $550^\circ\text{C}\pm 50^\circ\text{C}$ 灼烧至恒重。

A.5.3 结果计算

β -胡萝卜素的灼烧残渣以质量分数 w_3 计，数值以%表示，按公式（A.2）计算：

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots \text{(A.2)}$$

式中：

m_1 ——残渣和坩埚的总质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m ——实验室样品的质量的数值，单位为克（g）。

A.6 重金属的测定

A. 6.1 方法原理

样品中杂质金属在酸性 (pH3.5) 条件下, 与硫化氢或硫化钠试液显色。样品与标准铅溶液同法测定, 以此检查其限度。

A. 6.2 试剂和材料

A. 6.2.1 硝酸。

A. 6.2.2 硫酸。

A. 6.2.3 盐酸。

A. 6.2.4 甘油。

A. 6.2.5 乙酸铵。

A. 6.2.6 硝酸铅。

A. 6.2.7 硫代乙酰胺。

A. 6.2.8 氨试液: 400→1000。

A. 6.2.9 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$ 。

A. 6.2.10 盐酸溶液: $c(\text{HCl}) = 2 \text{ mol/L}$ 。

A. 6.2.11 盐酸溶液: $c(\text{HCl}) = 7 \text{ mol/L}$ 。

A. 6.2.12 氨水溶液: $c(\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}) = 5 \text{ mol/L}$ 。

A. 6.2.13 酚酞指示液: 10 g/L乙醇溶液。

A. 6.2.14 乙酸盐缓冲液 (pH3.5): 取25 g乙酸铵, 加水25 mL溶解后, 加7 mol/L盐酸溶液38 mL, 用2 mol/L盐酸溶液或氨水溶液准确调节pH至3.5 (pH计), 用水稀释至100 mL。

A. 6.2.15 硫代乙酰胺试液: 称取约4 g硫代乙酰胺, 精确至0.01 g, 加水使溶解成100 mL, 置冰箱中保存。临用前取5.0 mL混合液 (由15 mL 1 mol/L氢氧化钠溶液、5.0 mL水及20 mL甘油组成), 加上述1.0 mL硫代乙酰胺溶液, 置水浴上加热20s 冷却, 立即使用。

A. 6.2.16 铅标准溶液: 称取约0.160 g硝酸铅, 精确至0.000 2 g, 置于1000 mL容量瓶中, 加5 mL硝酸与50 mL水溶解后, 用水稀释至刻度, 摇匀, 作为贮备液。临用前, 移取10 mL \pm 0.02 mL贮备液, 置于100 mL容量瓶中, 加水稀释至刻度, 摇匀, 即得 (每1 mL相当于10 μg 的Pb)。配置与贮存用的玻璃仪器均不得含铅。

A. 6.3 分析步骤

按《中华人民共和国药典》2005年版二部附录VIII H重金属检查法第二法测定, 具体方法如下:

取A.5中遗留的残渣, 加0.5 mL硝酸, 蒸干, 至氧化氮蒸气除尽后, 放冷, 加2 mL盐酸, 置水浴上蒸干后加15 mL水, 滴加氨试液至对酚酞指示液显中性, 再加2 mL乙酸盐缓冲液 (pH3.5), 微热溶解后, 移置纳氏比色管甲管中, 加水稀释成25 mL; 另取配制供试溶液的试剂, 置瓷皿中蒸干后, 加2 mL乙酸盐缓冲液 (pH3.5) 与15 mL水, 微热溶解后, 移置纳氏比色管乙管中, 加1.0 mL标准铅溶液, 再用水稀释成25 mL; 再在甲乙两管中分别加硫代乙酰胺试液各2 mL, 摇匀, 放置2min, 同置白纸上, 自上向下透视, 甲管中显示的颜色与乙管比较, 不得更深。

A. 7 砷盐的测定

A. 7.1 方法原理

在强酸性溶液中, 样品中的砷均可被金属锌还原成砷化氢, 砷化氢再与溴化汞试纸作用生成棕黄

色化合物。样品与砷标准溶液用同一方法处理所得的棕黄色化合物比较，以此检查样品中砷盐的限度。

A. 7.2 分析步骤

称取 $5.0 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 实验室样品、量取 $10 \text{ mL} \pm 0.05 \text{ mL}$ 限量砷标准溶液(每 1 mL 溶液相当于 $1 \mu\text{g}$ 砷)，分别按 GB/T5009.76—2003 第一法 5.2.2 干灰化法处理试样后，按第二法砷斑法检测样品。试样的砷斑不得深于标准砷斑。

A. 8 澄清度试验

A. 8.1 试剂和材料

A. 8.1.1 三氯甲烷。

A. 8.1.2 乌洛托品溶液： 100 g/L 。

A. 8.1.3 浊度标准贮备液：称取于 105°C 干燥至恒重的 1.00 g 硫酸肼，精确至 0.001 g ，置 100 mL 容量瓶中，加水适量使溶解，必要时可在 40°C 的水浴中温热溶解，并用水稀释至刻度，摇匀，放置 $4\sim 6\text{h}$ ；取此溶液与等容量的乌洛托品溶液（ 100 g/L ）混合，摇匀，于 25°C 避光静置 24h ，即得。本液置冷处避光保存，可在两个月内使用，用前摇匀。

A. 8.1.4 浊度标准原液：取 15.0 mL 浊度标准贮备液，置 1000 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，取适量，置 1 cm 吸收池中，按紫外—可见分光光度法（中华人民共和国药典 2005 年版二部 附录 IV A），在 550 nm 的波长处测定，其吸光度应在 $0.12\sim 0.15$ 范围内。本液应在 48h 内使用，用前摇匀。

A. 8.1.5 0.5 号浊度标准：取 2.5 mL 浊度标准原液，置 100 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，即得。

A. 8.2 分析步骤

按《中华人民共和国药典》2005 年版二部 附录 IX B 澄清度检查法。称取 $1.0 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 实验室样品，加 100 mL 三氯甲烷溶解，与同体积的三氯甲烷或 0.5 号浊度标准液比较，若显混浊，不得比 0.5 号浊度标准液更深。

A. 9 干燥减量的测定

A. 9.1 分析步骤

称取约 1 g 实验室样品，精确至 0.0001 g ，以五氧化二磷为干燥剂，置于已在 40°C 减压干燥（压力应在 20 mmHg 以下）至恒重的扁形称量瓶中，在 40°C 减压干燥 4h 后，放入干燥器内冷却至室温，称重。

A. 9.2 结果计算

β -胡萝卜素干燥减量以质量分数 w_2 计，数值以%表示，按公式 (A.3) 计算：

$$w_2 = \frac{m_3 - m_4}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

m_3 ——干燥前实验室样品和称量瓶的总质量数值，单位为克（g）；

m_4 ——干燥后实验室样品和称量瓶的总质量数值，单位为克（g）；

m ——实验室样品的质量数值，单位为克（g）。

A.10 熔点的测定

按《中华人民共和国药典》2005年版 二部 附录 VI C 熔点测定法第一法进行。方法如下：

取实验室样品适量，研成细粉，以五氧化二磷为干燥剂，置于扁形称量瓶中，在40℃减压（压力应在2666 Pa以下）干燥4h后，放入干燥器内冷却至室温，取适量，置熔点测定用毛细管（简称毛细管，由中性硬质玻璃管制成，长9 cm以上，内径0.9 mm~1.1 mm，壁厚0.10 mm~0.15 mm，一端熔封；当所用温度计浸入传温液（硅油或液状石蜡）在6 cm以上时，管长应适当增加，使露出液面3 cm以上）中，轻击管壁或借助长短适宜的洁净玻璃管，垂直放在表面皿或其他适宜的硬质物体上，将毛细管自上口放入使自由落下，反复数次，使粉末紧密集结在毛细管的熔封端。装入实验室样品的高度为3 mm。另将温度计（分浸型，具有0.5℃刻度，经熔点测定用对照品校正）放入盛装传温液的容器中，使温度计汞球部的底端与容器的底部距离2.5 cm以上（用内加热的容器，温度计汞球与加热器上表面距离2.5 cm以上）；加入传温液以使传温液受热后的液面适在温度计的分浸线处。将传温液加热，待温度上升至比规定的熔点低限约低10℃时，将装有实验室样品的毛细管浸入传温液，贴附在温度计上（可用橡皮圈或毛细管夹固定），位置须使毛细管的内容物适在温度计汞球中部；继续加热，调节升温速率为每分钟上升1.0℃~1.5℃，加热时须不断搅拌使传温液温度保持均匀，记录实验室样品在初熔至全熔时的温度，重复测定3次，取其平均值。
