



中华人民共和国国家标准

GB 1886.89—2015

食品安全国家标准 食品添加剂 甘草抗氧化物

2015-09-22 发布

2016-03-22 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 甘草抗氧化物

1 范围

本标准适用于甘草(*Radix Glycyrrhizae*)的根经物理方法用有机溶剂提取精制所得的食品添加剂甘草抗氧化物。

2 技术要求

2.1 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	棕色或棕褐色	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下观察色泽和状态,并嗅其味
状态	粉末	
气味	略有甘草的特殊气味	

2.2 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
甘草抗氧化物含量, $w/\%$	\geq 63.0	附录 A 中 A.3
总黄酮, $w/\%$	\geq 27.0	附录 A 中 A.4
熔程/ $^{\circ}\text{C}$	70~90	GB/T 617
干燥失重, $w/\%$	\leq 5.0	附录 A 中 A.5
砷(As)/(mg/kg)	\leq 3.0	GB 5009.76
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	\leq 10.0	GB 5009.74
AOM 值(添加量 0.02%)/h	\geq 18.0	附录 A 中 A.6

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。试验中所用标准溶液、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 试剂和材料

A.2.1.1 乙醇。

A.2.1.2 二氯甲烷。

A.2.1.3 三氯化铁乙醇溶液:10 g/L。

A.2.1.4 重氮化试剂:

甲液:对硝基苯胺 0.5 g 溶于 5 mL 浓盐酸中,加水稀释至 50 mL。

乙液:亚硝酸钠 5 g 溶于 50 mL 水中。

重氮化试剂应在临用时,取等量甲、乙两液在冰水浴中混合后供使用。

A.2.1.5 碳酸钠试液:取碳酸氢钠 3 g,溶于 100 mL 水中。

A.2.2 鉴别方法

A.2.2.1 取试样 0.5 g,溶于 100 mL 乙醇中。

取试液 1 mL,加 1%三氯化铁试液 2 滴~3 滴,应产生绿蓝色或紫色沉淀。取试液 2 mL~3 mL,加等量碳酸钠试液,置水浴中煮沸 8 min,冷却后加新配置的重氮化试剂 1 滴~3 滴,应显浑浊深红色。

A.2.2.2 取试样 1 g,每次用二氯甲烷 20 mL 回流 10 min,过滤,挥发二氯甲烷,浓缩物用 50%乙醇 20 mL 溶解过滤,收集滤液,吸取上述滤液 1 mL 于试管中,滴加三氯化铁试液 1 滴~2 滴,溶液应显褐色。

A.3 甘草抗氧化物含量的测定

A.3.1 方法提要

甘草抗氧化物中抗氧化成分易被二氯甲烷提取出来,在回流提取后,称量测定。

A.3.2 分析步骤

称取研细的甘草抗氧化物试样 1 g(精确至 0.000 1 g),放入 50 mL 圆底烧瓶中,每次加二氯甲烷 20 mL,回流 15 min,提取液于 30 °C~35 °C 条件下,滤入已恒重的烧杯中,共回流 5 次,然后用二氯甲烷 30 mL 洗涤滤纸数次,洗涤液并入烧杯中,置水浴上蒸干,105 °C 干燥至恒重,称重。

A.3.3 结果计算

甘草抗氧化物含量的质量分数 w_1 ,按式(A.1)计算:

$$\omega_1 = \frac{m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

m_1 ——提纯后甘草抗氧化物的质量,单位为克(g);

m ——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大于算术平均值的 0.1%。

A.4 总黄酮的测定

A.4.1 方法提要

黄酮类化合物分子结构中具有 C₃、C₅ 位羟基或邻苯二羟基时可与铝盐等金属盐试剂生成有色络合物,在波长 510 nm 处有最大吸收值。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 芦丁标准品。

A.4.2.2 乙醇:30%。

A.4.2.3 乙醇:60%。

A.4.2.4 硝酸铝:10%。

A.4.2.5 氢氧化钠:1 mol/L。

A.4.2.6 亚硝酸钠:5%。

A.4.3 分析步骤

标准液的制备:称取芦丁标准品 20 mg(精确到 0.1 mg),以 60%乙醇溶解于 100 mL 容量瓶中,并稀释至刻度。取此样液 20 mL 于 50 mL 容量瓶中,加 60%乙醇溶液 5 mL,以水稀释至刻度,即得标准液(1 mL 标准液约含 0.08 mg 芦丁标准品)。

试样液的制备:称取试样约 20 mg(精确到 0.1 mg),以 60%乙醇 25 mL 热溶于 50 mL 容量瓶中,冷却,以蒸馏水稀释至刻度,即得试样液。

分别取上述两液各 5 mL 于 10 mL 容量瓶中,加 5%亚硝酸钠溶液 0.3 mL,摇匀,静置 6 min,加 10%硝酸铝溶液 0.3 mL,摇匀,静置 6 min,加入 1 mol/L 氢氧化钠溶液 4 mL,摇匀,用 30%乙醇定容,静置 15 min,用 1 cm 比色皿,在波长 510 nm 处测吸光度。

A.4.4 结果计算

总黄酮的质量分数 ω_2 ,按式(A.2)计算

$$\omega_2 = \frac{0.04 \times \frac{A_1}{A_2}}{m_2 \times K} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

0.04——标准品中黄酮含量,单位为毫克每毫升(mg/mL);

A_1 ——试样的吸光度;

A_2 ——标准品的吸光度;

m_2 ——试样的质量,单位为毫克(mg);

K ——试样的稀释倍数。

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不大于算术平均值的 0.2%。

A.5 干燥失重的测定

A.5.1 分析步骤

准确称取试样 2 g(精确至 0.000 2 g),置于烘箱中,在 110 °C ±1°C 烘至恒重。

A.5.2 结果计算

干燥失重的质量分数 w_3 ,按式(A.3)计算:

$$w_3 = \frac{m_3 - m_4}{m_5} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

m_3 ——烘干前称量瓶和试样的质量,单位为克(g);

m_4 ——烘干后称量瓶和试样的质量,单位为克(g);

m_5 ——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大于算术平均值的 0.1%。

A.6 AOM 值(添加量 0.02%)的测定

A.6.1 方法提要

AOM 值是指在严格控制的测试条件下,向油样中充气,使过氧化值达到 100(以毫克当量碘/千克油样计)时所需要的时间,作为油脂试样阻滞自动氧化的指数。

A.6.2 仪器和设备

AOM 值测定仪。

A.6.3 分析步骤

把置有 20 mL 精制猪油(猪油中添加 0.02% 抗氧化物)的试管顺圆形恒温槽的圆周排列起来,启动搅拌器和电恒温调节器,以便保持恒温,每隔一定时间取出油样,测定其过氧化物价,待测得过氧化物价达 100 mg I₂/kg 所需要的时间(h),即为精制猪油阻滞自动氧化的指标。