



中华人民共和国国家标准

GB 1886.316—2021

食品安全国家标准 食品添加剂 胭脂树橙

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 胭脂树橙

1 范围

本标准适用于以胭脂树(*Bixa orellana* L.)种子的外种皮为原料,经溶剂或冷的弱碱水溶液提取、精制得到的食品添加剂胭脂树橙(红木素)及其再经热碱性溶液水解、精制得到的食品添加剂胭脂树橙(降红木素)。使用溶剂包括丙酮、甲醇、乙醇、正己烷、异丙醇、乙酸乙酯、碱性乙醇和(或)二氧化碳。

2 标志性成分分子式、结构式、相对分子质量

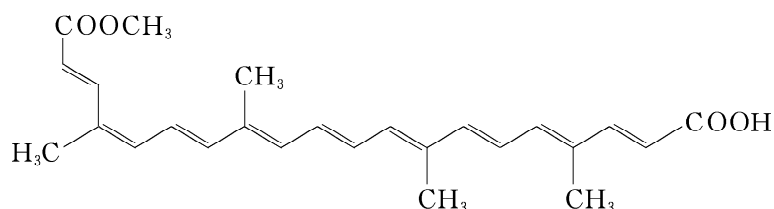
2.1 分子式

红木素: $C_{25}H_{30}O_4$

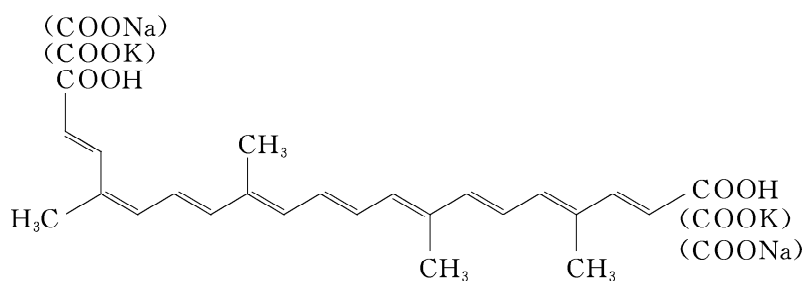
降红木素: $C_{24}H_{28}O_4$

2.2 结构式

红木素



降红木素



2.3 相对分子质量

红木素: 394.51(按 2018 国际相对原子质量)

降红木素: 380.48(以 $R_1 = H, R_2 = H$ 计)(按 2018 年国际相对原子质量)

3 产品分类

3.1 胭脂树橙(红木素)

3.1.1 胭脂树橙(溶剂提取红木素)

以胭脂树(*Bixa orellana* L.)种子的外种皮为原料,经溶剂提取、精制(酸化沉淀、去溶剂、干燥和粉碎)制得的产品。

3.1.2 胭脂树橙(碱性水溶液提取红木素)

以胭脂树(*Bixa orellana* L.)种子的外种皮为原料,用冷的弱碱性水溶液提取、精制(酸化沉淀、过滤、干燥、粉碎)制得的产品。

3.2 胭脂树橙(降红木素)

3.2.1 胭脂树橙(溶剂提取降红木素)

以胭脂树(*Bixa orellana* L.)种子的外种皮为原料,经溶剂提取、精制(去溶剂、结晶和干燥),再加热碱性溶液水解、精制(冷却、过滤、干燥和粉碎)制得的产品。

3.2.2 胭脂树橙(碱性水溶液提取-无酸化沉淀降红木素)

胭脂树橙(碱性水溶液提取红木素)经热碱性溶液水解、精制(冷却、过滤、干燥和粉碎)制得的产品。

3.2.3 胭脂树橙(碱性水溶液提取-酸化沉淀降红木素)

胭脂树橙(碱性水溶液提取红木素)经热碱性溶液水解、精制(冷却、过滤、酸化沉淀、干燥和粉碎)制得的产品。

4 技术要求

4.1 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	深红棕色至紫红色	将适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘或烧杯中,在自然光线下观察色泽和状态
状态	粉末、悬浮液或溶液	

4.2 理化指标

4.2.1 胭脂树橙(红木素)

胭脂树橙(红木素)理化指标应符合表 2 的规定。

表 2 胭脂树橙(红木素)理化指标

项 目	指 标		检 验 方 法
	胭脂树橙 (溶剂提取 红木素)	胭脂树橙 (碱性水溶液 提取红木素)	
红木素含量(以类胡萝卜素的总量计,以干基计), $\omega/\%$	\geq 85	25	附录 A 中 A.3
降红木素(以类胡萝卜素的总量计,以干基计), $\omega/\%$	\leq 2.5	7.0	附录 A 中 A.4
溶剂残留			附录 A 中 A.5
丙酮/(mg/kg)	\leq 30	—	
正己烷/(mg/kg)	\leq 25	—	
甲醇/(mg/kg)	\leq 50	—	
乙醇+异丙醇+乙酸乙酯/(mg/kg)	\leq 50	—	
砷(As)/(mg/kg)	\leq	3.0	GB 5009.76 或 GB 5009.11
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq	2.0	GB 5009.75 或 GB 5009.12
汞(Hg)/(mg/kg)	\leq	1.0	GB 5009.17
商品化的胭脂树橙(红木素)产品应以符合本标准的胭脂树橙为原料,可适量加入水、植物油、麦芽糊精等食品辅料和(或)符合食品添加剂质量规格要求的酸度调节剂、乳化剂、抗氧化剂等,呈液体或粉末状态,红木素含量指标符合声称。			

4.2.2 胭脂树橙(降红木素)

胭脂树橙(降红木素)的理化指标应符合表 3 的规定。

表 3 胭脂树橙(降红木素)理化指标

项 目	指 标			检 验 方 法
	胭脂树橙 (溶剂提取 降红木素)	胭脂树橙 (碱性水 溶液提取- 无酸化沉淀 降红木素)	胭脂树橙 (碱性水 溶液提取- 酸化沉淀 降红木素)	
降红木素含量(以类胡萝卜素的总量计,以干基计), $\omega/\%$	\geq 85	15	35	附录 A 中 A.4
溶剂残留				附录 A 中 A.5
丙酮/(mg/kg)	\leq 30	—	—	
正己烷/(mg/kg)	\leq 25	—	—	
甲醇/(mg/kg)	\leq 50	—	—	
乙醇+异丙醇+乙酸乙酯/(mg/kg)	\leq 50	—	—	
砷(As)/(mg/kg)	\leq	3.0		GB 5009.76 或 GB 5009.11
铅(Pb)/(mg/kg)	\leq	2.0		GB 5009.75 或 GB 5009.12
汞(Hg)/(mg/kg)	\leq	1.0		GB 5009.17
商品化的胭脂树橙(降红木素)产品应以符合本标准的胭脂树橙为原料,可适量加入水、植物油、麦芽糊精等食品辅料和(或)符合食品添加剂质量规格要求的酸度调节剂、乳化剂、抗氧化剂等,呈液体或粉末状态,降红木素含量指标符合声称。				

附录 A

检验方法

A.1 一般规定

本标准所用试剂和水在未注明其他要求时,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、制剂和制品在未注明其他要求时,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

胭脂树橙(红木素)不溶于水,微溶于乙醇,胭脂树橙(降红木素)溶于碱水,微溶于乙醇。

A.2.2 最大吸收波长

A.2.2.1 胭脂树橙(红木素)

胭脂树橙(红木素)用丙酮稀释后,溶液在波长约 425 nm、457 nm 和 487 nm 附近呈现 3 个最大吸收峰。

A.2.2.2 胭脂树橙(降红木素)

胭脂树橙(降红木素)用氢氧化钾溶液(5 g/L)稀释后,溶液在波长约 453 nm 和 482 nm 附近呈现 2 个最大吸收峰。

A.2.3 薄层色谱法

在 110 °C 下活化薄层色谱板(薄层厚度:250 μm ,规格:5 cm \times 20 cm)1 h。准备浓度为 5% 的试样溶液(溶剂为 95% 的乙醇),点样 10 μL ,干燥后用正丁醇、甲乙酮、10% 氨水的混合液(容积比 3 : 2 : 2)展开直到溶液前沿升高约 10 cm,干燥。胭脂树橙(红木素)和胭脂树橙(降红木素)分别在 R_f 值约 0.45~0.50 处呈现黄色斑点,用 5% 亚硝酸钠溶液、0.5 mol/L 硫酸先后喷雾后,黄色斑点立即褪色。

A.3 红木素含量的测定

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 四氢呋喃。

A.3.1.2 丙酮。

A.3.2 仪器和设备

A.3.2.1 分光光度计。

A.3.2.2 带盖比色皿:10 mm。

A.3.3 分析步骤

精确称取试样 0.1 g~1 g,精确至 0.000 1 g,移入 100 mL 容量瓶,加入 10 mL 四氢呋喃混匀溶解试样,用丙酮定容,混匀;取此溶液 1 mL,移入另一 100 mL 容量瓶中,定容。以丙酮作参比液,于比色皿中测定试样溶液在约 487 nm 峰值波长处的吸光度 A 。如果吸光度不在 0.2~1.0 之间,则需重新调整试样溶液的浓度。

A.3.4 结果计算

红木素含量的质量分数 w_1 按式(A.1)计算。

$$w_1 = \frac{A_1 \times 100}{m_1 \times 3\ 090} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

A_1 ——试样溶液的吸光度值;

100 ——换算系数;

m_1 ——试样质量,以干基计,单位为克(g);

3 090 ——1%总类胡萝卜素(以红木素表示)溶液的理论吸光度值。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准,保留三位有效数字。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 1.0%。

A.4 降红木素含量的测定

A.4.1 试剂和材料

氢氧化钾溶液:5 g/L。

A.4.2 仪器和设备

A.4.2.1 分光光度计。

A.4.2.2 比色皿:10 mm。

A.4.3 分析步骤

精确称取试样 0.1 g~1 g,精确至 0.000 1 g,移入 100 mL 容量瓶,加入氢氧化钾溶液定容后混匀;取此溶液 1 mL,移入另一 100 mL 容量瓶中,定容。以氢氧化钾溶液作参比液,于比色皿中测定试样溶液在约 482 nm 峰值波长处的吸光度 A 。

A.4.4 结果计算

降红木素含量的质量分数 w_2 按式(A.2)计算。

$$w_2 = \frac{A_2 \times 100}{m_2 \times 2\ 870} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

A_2 ——试样液的吸光度值;

100 ——换算系数;

m_2 ——试样质量,以干基计,单位为克(g);

2 870 ——1%总类胡萝卜素(以降红木素表示)溶液的理论吸光度值。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准,保留三位有效数字。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 1.0%。

A.5 溶剂残留的测定(丙酮、正己烷、甲醇、乙醇、异丙醇、乙酸乙酯)

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 待测组分标准品:丙酮、正己烷、甲醇、乙醇、异丙醇、乙酸乙酯。

A.5.1.2 空白样:几乎不含溶剂的试样。

A.5.1.3 内标物:3-甲基-2-戊酮。

A.5.1.4 甲醇:色谱纯。

A.5.1.5 水:GB/T 6682—2008 规定的一级水。

A.5.2 仪器和设备

气相色谱仪,带氢火焰离子检测器(FID)和顶空进样器。

A.5.3 参考色谱条件

A.5.3.1 色谱柱:6%的氰丙基苯基和 94%的二甲基聚硅氧烷(或 100%二甲基聚硅氧烷)为固定相的石英毛细管柱,长度 60 m,内径 0.53 mm,涂膜厚度 5 μm ,或同等性能的色谱柱。

A.5.3.2 载气:氦气。

A.5.3.3 流速:208 kPa,5 mL/min。

A.5.3.4 柱温:35 $^{\circ}\text{C}$ 下 5 min,然后以 5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 速度升温至 90 $^{\circ}\text{C}$,保留 19 min。

A.5.3.5 进样口温度:140 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.5.3.6 检测器温度:300 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.5.4 参考顶空条件

A.5.4.1 样品加热温度:60 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.5.4.2 样品加热时间:10 min。

A.5.4.3 注射器温度:70 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.5.4.4 传输温度:80 $^{\circ}\text{C}$ 。

A.5.4.5 试样气体进样:分列模式,1.0 mL。

A.5.5 分析步骤

A.5.5.1 方法一(在水中测定)

A.5.5.1.1 内标溶液的制备

移取 50 mL 水至 50 mL 进样瓶中,密封,准确称量,精确至 0.000 1 g。移取 15 μL 3-甲基-2-戊酮,通过隔膜注入进样瓶中,混匀,再次称重,精确至 0.000 1 mg。

A.5.5.1.2 空白溶液的制备

准确称取 0.20 g 空白样加入进样瓶,再加入 5.0 mL 水和 1.0 mL 内标溶液,在 60 $^{\circ}\text{C}$ 下加热 10 min 后剧烈摇动 10 s。

A.5.5.1.3 标准溶液的制备

准确称取 0.20 g 空白样,置于进样瓶中,加入 5.0 mL 水和 1.0 mL 内标溶液。密封,准确称量(精

确至 0.000 1 g)。通过隔膜注入适量待测组分标准品(对每个溶剂分别分析),再次准确称重(精确至 0.000 1 g)。在 60 °C 下加热 10 min,剧烈摇动 10 s。

A.5.5.1.4 试样溶液的制备

准确称取 0.20 g 试样加入进样瓶,再加入 5.0 mL 水和 1.0 mL 内标溶液,在 60 °C 下加热 10 min 后剧烈摇动 10 s。

A.5.5.2 方法二(在甲醇中测定,不适用于测定甲醇残留)

A.5.5.2.1 内标溶液的制备

移取 50.0 mL 甲醇至 50 mL 进样瓶中,封盖,称重进样瓶,精确至 0.000 1 g。移取 15 μL 内标物 3-甲基-2-戊酮,通过隔片将其注入进样瓶中,混匀,再称重进样瓶,精确至 0.000 1 g。

A.5.5.2.2 空白溶液的制备

准确称取 0.20 g 空白试剂加入进样瓶,再加入 5.0 mL 甲醇和 1.0 mL 内标溶液,在 60 °C 下加热 10 min 后剧烈摇动 10 s。

A.5.5.2.3 标准溶液的制备

溶液 A:移取 50.0 mL 甲醇到一个 50 mL 进样瓶中,封盖,称重进样瓶,精确至 0.000 1 g。移取 50 μL 待测组分标准品,通过隔片将其注入进样瓶中,混匀,再称重进样瓶,精确至 0.000 1 g。

称取 0.20 g 空白样,置于进样瓶中。加入 4.9 mL 甲醇和 1.0 mL 内标溶液。通过隔片注入 0.1 mL 溶液 A。在 60 °C 下加热 10 min,剧烈摇动 10 s。

A.5.5.2.4 试样溶液的制备

准确称取 0.20 g 试样加入进样瓶,再加入 5.0 mL 甲醇和 1.0 mL 内标溶液,在 60 °C 下加热 10 min 后剧烈摇动 10 s。

A.5.6 测定

在 A.5.3 和 A.5.4 参考操作条件下,分别对试样溶液、空白溶液和校准溶液进行色谱分析。溶剂残留色谱图参见附录 B 中的图 B.1。

A.5.7 结果计算

A.5.7.1 校准因子 f_i

方法一的校准因子 f_i 按式(A.3)计算。

$$f_i = \frac{m_3 \times 50}{m_4 \times (C - D)} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

m_3 ——标准溶液中待测组分标准品的质量,单位为毫克(mg);

50——质量换算系数;

m_4 ——内标溶液中内标物的质量,单位为毫克(mg);

C ——标准溶液色谱图中待测组分峰面积与内标物峰面积的比值;

D ——空白溶液色谱图中待测组分峰面积与内标物峰面积的比值。

方法二的校准因子 f_i 按式(A.4)计算。

$$f_i = \frac{m_3}{m_4 \times (C - D) \times 10} \dots\dots\dots (A.4)$$

式中：

- m_3 ——标准溶液中待测组分标准品的质量,单位为毫克(mg)；
- m_4 ——内标溶液中内标物的质量,单位为毫克(mg)；
- C ——标准溶液色谱图中待测组分峰面积与内标物峰面积的比值；
- D ——空白溶液色谱图中待测组分峰面积与内标物峰面积的比值；
- 10——质量换算系数。

A.5.7.2 待测组分含量

待测组分含量 w_i ,单位为毫克每千克(mg/kg),按式(A.5)计算。

$$w_i = \frac{F \times m_4 \times f_i \times 1\,000}{m_5 \times 50} \dots\dots\dots (A.5)$$

式中：

- F ——试样溶液色谱图中待测组分峰面积与内标物峰面积的比值；
- m_4 ——内标溶液中内标物的质量,单位为毫克(mg)；
- f_i ——校准因子；
- 1 000——质量换算系数；
- m_5 ——试样的质量,单位为克(g)；
- 50——体积换算系数。

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准,保留三位有效数字。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 2.0%。

附录 B 溶剂残留色谱图

B.1 溶剂残留的气相色谱示意图

溶剂残留的气相色谱示意图见图 B.1。

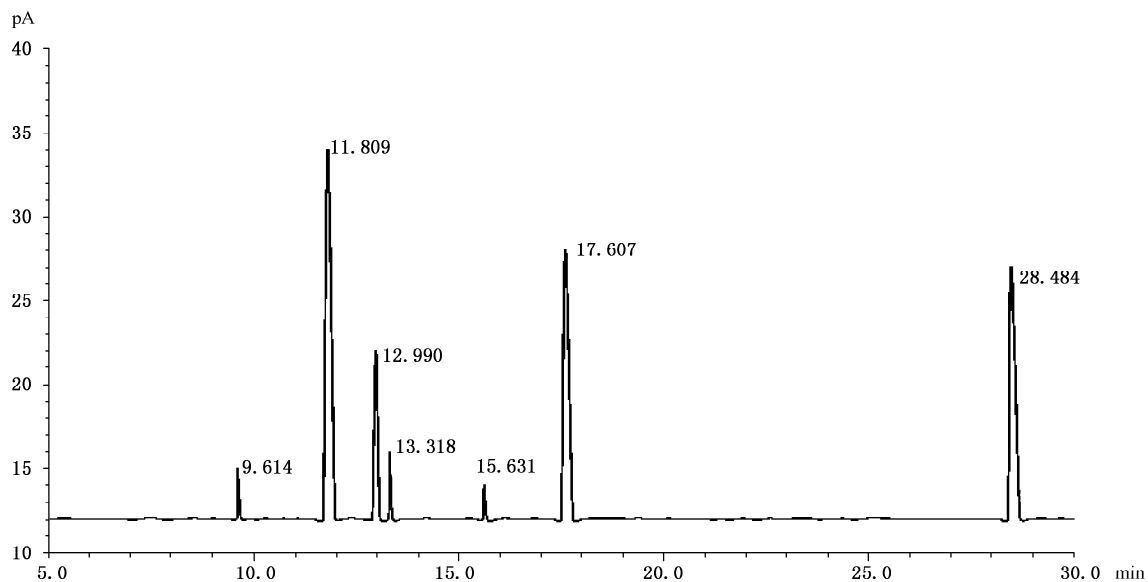


图 B.1 溶剂残留的气相色谱示意图

B.2 溶剂残留各组分的参考保留时间

溶剂残留各组分参考保留时间见表 B.1。

表 B.1 溶剂残留各组分的参考保留时间

峰号	组分名称	保留时间 ^a /min
1	甲醇	9.614
2	乙醇	11.809
3	丙酮	12.990
4	异丙醇	13.318
5	正己烷	15.631
6	乙酸乙酯	17.607
7	3-甲基-2-戊酮	28.484

^a 不同仪器、不同分离柱、甚至不同时间进样各组分的保留时间均会有所不同,但各组分的洗脱顺序是不变的。