

中华人民共和国国家标准

GB 26405-2011

食品安全国家标准 食品添加剂 叶黄素

2011-03-15 发布

2011-05-15 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 叶黄素

1 范围

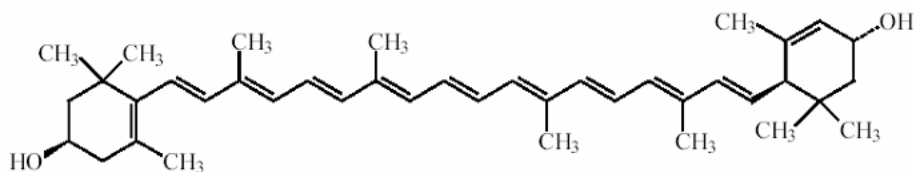
本标准适用于以万寿菊（*Tagetes erecta* L.）油树脂为原料，经皂化、提取精制而成的食品添加剂叶黄素。商品化的叶黄素产品可含有用于标准化等目的的食用植物油、糊精、抗氧化剂等辅料。

2 分子式、结构式和相对分子质量

2.1 分子式

$C_{40}H_{56}O_2$

2.2 结构式



2.3 相对分子质量

568.88（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	桔黄色至桔红色	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。
组织状态	粉末	

3.2 理化指标：应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项 目	指 标	检验方法
总类胡萝卜素, w/%	≥ 80.0	附录 A 中 A.3
叶黄素, w/%	≥ 70.0	附录 A 中 A.4
玉米黄质, w/%	≤ 9.0	附录 A 中 A.4
干燥减量, w/%	≤ 1.0	GB 5009.3 减压干燥法
灰分, w/%	≤ 1.0	GB 5009.4
正己烷/ (mg/kg)	≤ 50	附录 A 中 A.5
铅 (Pb) / (mg/kg)	≤ 3	GB 5009.12
总砷 (以 As 计) / (mg/kg)	≤ 3	GB/T 5009.11

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 不溶于水,极微溶于正己烷,溶于乙醇和氯仿。

A.2.2 在测定总类胡萝卜素含量试验中,试样液在446nm附近有最大吸收。

A.2.3 在测定叶黄素含量试验中,试样液在液相色谱图中的主峰保留时间应与标准溶液中叶黄素的保留时间相同。

A.3 总类胡萝卜素的测定

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 溶剂:正己烷、丙酮、甲苯和无水乙醇的混合物(10:7:7:6)。

A.3.1.2 无水乙醇。

A.3.2 仪器和设备

紫外-可见分光光度计。

A.3.3 分析步骤

准确称取 0.03g 试样,精确至 0.000 1 g,用 A.3.1.1 溶剂溶解,转移至 100 mL 容量瓶中,加 A.3.1.1 溶剂定容至刻度,摇匀。取此试样液 1mL 于 100mL 容量瓶中,使用无水乙醇定容至刻度,置于 1 cm 比色皿中,以无水乙醇做空白对照,用紫外-可见分光光度计在 446nm±1nm 处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,否则应调整试样液浓度,再重新测定吸光度。)

A.3.4 结果计算

总类胡萝卜素含量以总类胡萝卜素的质量分数 w_0 计,数值以%表示,按公式 (A.1) 计算:

$$w_0 = \frac{A}{c} \times \frac{1}{2550} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

A ——实际测定试样液的吸光度;

c ——被测试样液的浓度的数值,单位为克每毫升 (g/mL);

2550——1%试样液在无水乙醇中波长 446nm 处的吸收系数。

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大于算术平均值的 1.5%,计算结果保留小数点后一位有效数字。

A.4 叶黄素和玉米黄质的测定

A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 正己烷:色谱纯。

A.4.1.2 乙酸乙酯:色谱纯。

A.4.1.3 叶黄素标准品:已知纯度。

A. 4. 1. 4 玉米黄质标准品：已知纯度。

A. 4. 2 仪器和设备

高效液相色谱仪（检测器波长为 446nm）。

A. 4. 3 参考色谱条件

A. 4. 3. 1 色谱柱：硅胶柱，4.6mm×250mm，粒度3μm；或其他等效的色谱柱。

A. 4. 3. 2 流动相：按正己烷：乙酸乙酯=70：30（体积比）配制，混合均匀后，用0.45μm滤膜过滤，超声脱气后备用。

A. 4. 3. 3 柱温：室温。

A. 4. 3. 4 流动相流速：1.5 mL/min。

A. 4. 3. 5 进样量：10 μL。

A. 4. 4 分析步骤

A. 4. 4. 1 标准溶液的制备

分别称取约 0.01g 叶黄素和玉米黄质标准品，精确至 0.000 1g，用流动相溶解，移入一个 50mL 容量瓶中，加流动相定容至刻度，摇匀备用。

A. 4. 4. 2 试样液的制备

称取 0.025g~0.027g 试样，精确至 0.000 1g，用流动相溶解，移入一个 100mL 容量瓶中，加流动相定容至刻度，摇匀备用。

A. 4. 4. 3 测定

在 A.4.3 参考色谱条件下，对叶黄素和玉米黄质的标准溶液进行测定，记录色谱图。要求以叶黄素峰计，理论板数至少为 5000，主峰与异构体峰的分度至少为 1.5。

在 A.4.3 参考色谱条件下，对试样液进行测定，根据标准品的保留时间定性，记录色谱图。重复实验两次，分别得到叶黄素和玉米黄质的平均峰面积值。

A. 4. 5 结果计算

叶黄素含量以叶黄素的质量分数 w_1 计，数值以%表示，按公式（A.2）计算：

$$w_1 = w_0 \times P_1 \dots\dots\dots (A.2)$$

玉米黄质含量以玉米黄质的质量分数 w_2 计，数值以%表示，按公式（A.3）计算：

$$w_2 = w_0 \times P_2 \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

w_0 ——按照本标准 A.3 测定的总类胡萝卜素的质量分数，数值以%表示；

P_1 ——叶黄素的峰面积百分比；

P_2 ——玉米黄质的峰面积百分比。

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大于算术平均值的 2%，计算结果保留小数点后一位有效数字。

A. 5 正己烷的测定

A. 5. 1 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. 2 参考色谱条件

A. 5. 2. 1 色谱柱：DB-624毛细管柱，30m×0.53mm，膜厚3.0μm；或其他等效的色谱柱。

A. 5. 2. 2 载气：氦气或氮气。

A. 5. 2. 3 载气流量：3.0 mL/min。

- A. 5. 2. 4 进样口温度：220℃。
- A. 5. 2. 5 柱温：40℃，保持3min，以3.5℃/min升至65℃，再以20℃ / min升至220℃，保持5 min。
- A. 5. 2. 6 检测器温度：235℃。
- A. 5. 2. 7 进样体积：1mL定量环。
- A. 5. 2. 8 分流比：3：1。

A. 5. 3 顶空条件

- A. 5. 3. 1 顶空瓶温：80℃。
- A. 5. 3. 2 定量环温度：85℃。
- A. 5. 3. 3 传输线温度：100℃。
- A. 5. 3. 4 顶空瓶平衡时间：40.0min。
- A. 5. 3. 5 气相循环时间：30.0min。
- A. 5. 3. 6 加压时间：0.2min。
- A. 5. 3. 7 定量环填充时间：0.2min。
- A. 5. 3. 8 定量环平衡时间：0.05min。
- A. 5. 3. 9 进样时间：1.0min。
- A. 5. 3. 10 顶空瓶压力：95.15kPa。

A. 5. 4 分析步骤

A. 5. 4. 1 对照液制备

精密吸取1.5μL正己烷于100mL容量瓶，用二甲基甲酰胺(DMF)稀释至刻度，摇匀，吸取25.0 mL至50 mL容量瓶，用DMF定容，此为对照液（该对照液中正己烷浓度为0.00495mg/mL）。

灵敏度溶液配制：吸取对照液1.0 mL于10 mL容量瓶，用DMF定容，摇匀（灵敏度溶液中正己烷浓度为0.000495 mg/mL）。

A. 5. 4. 2 试样液制备

精密称取约300mg试样，置于10mL顶空瓶，加3.0mL DMF稀释，摇匀。

A. 5. 4. 3 系统适应性要求

取上述A.5.4.1对照液3.0mL于10mL顶空瓶，连续进6针，主峰理论板数应不小于5000，峰面积RSD应不大于10.0%，灵敏度溶液中主峰信噪比应不小于3。

A. 5. 5 结果计算

用外标法计算样品中的正己烷，正己烷的残留量以正己烷的质量分数 w_3 计，数值以毫克每千克（mg/kg）表示，按公式（A.4）计算：

$$w_3 = \frac{A_X \times C_R}{A_R \times C_X} \times 10^6 \dots\dots\dots (A.4)$$

式中：

- A_X ——试样液中正己烷的峰面积的数值；
- C_R ——对照液中正己烷的浓度的数值，单位为毫克每毫升（mg/mL）；
- A_R ——对照液中正己烷的峰面积的数值；
- C_X ——试样液的浓度的数值，单位为毫克每毫升（mg/mL）。