



中华人民共和国国家标准

GB 8821—2011

食品安全国家标准
食品添加剂 β -胡萝卜素

2011-11-21 发布

2011-12-21 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

本标准代替 GB8821—2010《食品安全国家标准 食品添加剂β-胡萝卜素》。

本标准与 GB8821—2010 相比，主要变化如下：

——修改了 A.10 “熔点的测定”的内容。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB8821—1988；

——GB8821—2010。

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，以化学合成法制得食品添加剂 β -胡萝卜素。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

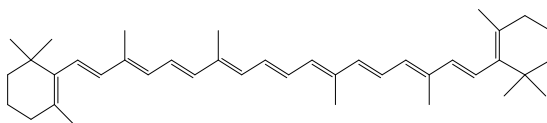
2.1 化学名称

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]

2.2 分子式

$C_{40}H_{56}$

2.3 结构式



2.4 相对分子质量

536.88（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	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	

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
β -胡萝卜素（以干基计）， $m\%$	96.0~101.0	附录 A 中 A.4
灼烧残渣， $m\%$	\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， $m\%$	\leq 0.2	附录 A 中 A.9
熔点 $^{\circ}C$	176~182	附录 A 中 A.10

表 2 (续)

项目		指标	检验方法
重金属 (以 Pb 计) /(mg/kg)	≤	5	附录 A 中 A.6
砷 (As) /(mg/kg)	≤	2	附录 A 中 A.7

附录 A

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 nm \pm 1 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

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

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 $^{\circ}$ C \pm 50 $^{\circ}$ 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 $^{\circ}$ C \pm 50 $^{\circ}$ 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：

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

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 $4\text{h} \sim 6\text{h}$ ；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：

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

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。

“初熔”系指供试品在毛细管内开始局部液化出现明显液滴时的温度。

“全熔”系指供试品全部液化时的温度。

测定熔融同时分解的供试品时，方法如上述，但调节升温速率使每分钟上升2.5℃~3.0℃；供试品开始局部液化时（或开始产生气泡时）的温度作为初熔温度；供试品固相消失全部液化时的温度作为全熔温度。遇有固相消失不明显时，应以供试品分解物开始膨胀上升时的温度作为全熔温度。某些药品无法分辨其初熔、全熔时，可以其发生突变时的温度作为熔点。