



中华人民共和国国家标准

GB 1886.127—2016

食品安全国家标准

食品添加剂 山楂核烟熏香味料Ⅰ号、Ⅱ号

2016-08-31 发布

2017-01-01 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 山楂核烟熏香味料Ⅰ号、Ⅱ号

1 范围

本标准适用于以山楂核为原料,在800℃以下经干馏(无氧裂解)、冷凝、分离等方法制得的水溶性食品添加剂山楂核烟熏香味料Ⅰ号、Ⅱ号。

本标准不适用于与水不相溶的油状物及由其制得的产物和由其他材料或其他方法所制得的产物,如木醋酸等。

2 术语和定义

2.1 山楂核

山楂核经水洗、晒干,具有特有香气和颜色的颗粒状物。不应添加其他木质材料或除去原有香味成分。

2.2 山楂核烟熏香味料

以山楂核为原料,在800℃以下干馏生成熏烟,将熏烟冷凝,将冷凝物分离精制而成。它是由众多熏烟成分所组成的复杂混合物。

2.3 山楂核烟熏香味料Ⅰ号

由熏烟冷凝物在常压下蒸馏,收集85℃~110℃、呈淡黄色至橘红色、具有烟熏香味的馏分,称为山楂核烟熏香味料Ⅰ号。

2.4 山楂核烟熏香味料Ⅱ号

由熏烟冷凝物水相和油相分离后经精制所得的水相部分,可溶于水,呈红棕色至棕褐色,具有烟熏香味的液体,称为山楂核烟熏香味料Ⅱ号。

3 技术要求

3.1 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 |
|-----|---------------------|-----------------|--------------------|
| | I号 | II号 | |
| 色泽 | 淡黄色至橘红色 | 棕红色或棕褐色 | |
| 状态 | 易流动液体,存放期间有少量焦油状物析出 | 易流动液体 | 将试样置于一洁净白纸上,用目测法观察 |
| 香气 | 浓郁天然烟熏香气,兼有鲜咸味感 | 浓郁天然烟熏香气,烟熏肉样香气 | GB/T 14454.2 |

3.2 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 |
|----------------------------|-------------|-------------|-------------------------|
| | I 号 | II 号 | |
| 相对密度(25 ℃/25 ℃) | 1.010~1.025 | 1.020~1.060 | GB/T 11540 |
| 酸含量(以乙酸表示)/% | 8.0~14.0 | 10.0~18.0 | GB/T 14455.5 |
| 酚含量(以 2,6-二甲氧基酚表示)/(mg/mL) | 2.5~10.0 | 6.0~18.0 | 附录 A 中 A.2 |
| 羰基化合物含量(以庚醛表示)/(g/100 mL) | 3.0~11.0 | 6.0~17.0 | 附录 A 中 A.3 |
| 重金属(以 Pb 计)/(mg/kg) ≤ | 40 | | GB 5009.74 |
| 总砷(以 As 计)/(mg/kg) ≤ | 3.0 | | GB 5009.11 或 GB 5009.76 |

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 和 GB/T 603 的规定制备。实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 酚含量(以 2,6-二甲氧基酚表示)的测定——修正吉布斯法

A.2.1 方法提要

烟熏液中的酚类化合物同显色剂 2,6-二氢醌氯亚胺(2,6-DcGc)在碱性硼酸-氯化钾缓冲溶液中反应,形成蓝色靛酚。形成色泽后,在 560 nm 处测定吸光度 A ,由愈创木酚(或其他已知酚)吸光度标准曲线定量。本法不能区分各种酚,只能提供以愈创木酚表示的总酚含量。

A.2.2 试剂和材料

A.2.2.1 硼酸-氯化钾缓冲溶液: pH = 8.3。0.4 mol/L 硼酸溶液 125 mL; 0.4 mol/L 氯化钾溶液 125 mL; 0.2 mol/L 氢氧化钠溶液 40 mL。将上述三种溶液混合,并用水稀释到 1 000 mL。

A.2.2.2 NaOH 溶液: 6 g/L。

A.2.2.3 显色剂溶液: 称 0.25 g 的 2,6-二氢醌氯亚胺于 30 mL 无水乙醇中,冷却保存。

A.2.2.4 愈创木酚标准溶液: 用水制备 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ~20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准溶液,用于绘制吸光度 A 和愈创木酚的浓度 B ($\mu\text{g}/\text{mL}$) 标准曲线。

A.2.2.5 烟熏液样品溶液: 取 0.5 mL 山楂核烟熏香味料,用水稀释到 1 000 mL(稀释倍数可视样品浓度高低而定,以使样品稀释液的吸光度 A 在 0.2~0.7 之间)。

A.2.3 仪器和设备

分光光度计。

A.2.4 分析步骤

A.2.4.1 按指定顺序将下列试剂混合在一起:

- 硼酸-氯化钾缓冲溶液 5 mL;
- 烟熏液样品溶液 5 mL,或愈创木酚标准溶液 5 mL,或做空白对照用的水 5 mL;
- 用 NaOH 溶液 1 mL 调节 pH 到 9.8。

A.2.4.2 将 1 mL 显色剂溶液用水稀释到 15 mL。取 1 mL 稀释液立即加入到混合液中,在室温下使混合液放置 25 min 后形成色泽,再用 1 cm 比色杯在波长 560 nm 处测定吸光度 A 。

A.2.4.3 绘制吸光度 A 对于愈创木酚浓度 B ($\mu\text{g}/\text{mL}$) 的标准曲线(直线)。

A.2.5 结果计算

样品中的酚含量 ρ_1 (以 2,6-二甲氧基酚表示),以毫克每毫升(mg/mL)计,按式(A.1)计算:

$$\rho_1 = \frac{B_1 \times D \times M_{r1}}{1\,000 \times M_{r2}} \quad \dots \dots \dots \quad (A.1)$$

式中：

B_1 ——从标准曲线上读得的吸光度 A 的对应值(以愈创木酚表示),单位为毫克每毫升(mg/mL);

D ——样品的稀释倍数；

M_{r1} ——2,6-二甲氧基酚的相对分子质量；

1 000 ——换算系数；

M_{r2} —— 愈创木酚的相对分子质量。

A.3 羰基化合物含量(以庚醛表示)的测定

A.3.1 第一法：盐酸羟胺法

A.3.1.1 试剂和材料

A.3.1.1.1 氢氧化钾溶液:0.1 mol/L。

A.3.1.1.2 盐酸羟胺溶液:0.5 mol/L 溶液(存放期不超过二周)。称 40 g 盐酸羟胺,加水 200 mL 溶解后再稀释到 1 000 mL,用盐酸或氢氧化钾溶液调节 pH 到 3(与样品的 pH 相接近,用 pH 计检测)。

A.3.1.2 仪器和设备

A.3.1.2.1 酸度计。

A.3.1.2.2 磁力搅拌器。

A.3.1.3 分析步骤

A.3.1.3.1 空白试验:用移液管吸取 25 mL 盐酸羟胺溶液于磨口锥瓶中,盖上瓶塞,静置 2 h。用 100 mL 蒸馏水稀释后,用 0.1 mol/L 氢氧化钾溶液滴定到终点,pH=4.0。

A.3.1.3.2 样品滴定：精确吸取 2 mL 样品于磨口锥形瓶中，重复 A.3.1.3.1 操作。

A.3.1.4 结果计算

羰基化合物含量 ρ_2 (以庚醛表示), 以克每百毫升(g/100 mL)计, 按式(A.2)计算:

式中：

M ——庚醛的相对分子质量, $M=114.18\text{ g/mol}$;

c ——氢氧化钾溶液浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定样品消耗的氢氧化钾溶液体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白滴定消耗的氢氧化钾溶液体积,单位为毫升(mL);

20 ——换算系数。

平行试验结果的相对误差不大于 1%。

A.3.2 第二法:修正的兰谱-克拉克法(Modified lappan-Clark Method)(仲裁法)

A.3.2.1 方法提要

烟熏香味料中的总羰基化合物同 2,4-二硝基苯肼(2,4-Dinitrophenyl hydrazine, 简写 2,4-DNPH) 在酸性介质于 60 ℃转化成红色的腙的衍生物, 在 430 nm 测定吸光度 A, 从而计算羰基化合物的含量

(以庚醛或其他已知醛表示)。

A.3.2.2 试剂和材料

- A.3.2.2.1 不含羰基化合物的甲醇:在甲醇中加入 1% 的 2,4-DNPH,滴加几滴盐酸,回流 3 h 后蒸馏。
- A.3.2.2.2 2,4-DNPH 饱和溶液:2,4-DNPH 用不含羰基化合物的甲醇溶解,并稀释,使含量达 0.05%,摇动 1 h 或预先 24 h 制备。应有不溶解的 2,4-DNPH 析出,过滤后使用,保存期为一周。
- A.3.2.2.3 氢氧化钾溶液:20 mL 水中加入 10 g 氢氧化钾,再用不含羰基化合物的甲醇稀释到 100 mL。
- A.3.2.2.4 2-丁酮标准溶液:用不含羰基化合物的甲醇制备 10 mg/100 mL 2-丁酮标准溶液,供绘制吸光度 A-2-丁酮浓度(mg/100 mL)标准曲线用。
- A.3.2.2.5 0.05%试样溶液:取 1 mL 试样溶液,用水稀释到 200 mL。取 1 mL 稀释液,再用不含羰基化合物的甲醇稀释到 10 mL(总稀释比为 1 : 2 000)。

A.3.2.3 仪器和设备

分光光度计。

A.3.2.4 分析步骤

- A.3.2.4.1 向三个量筒中各加入 1 mL 2,4-DNPH,然后第一个量筒中加入 1 mL 样品溶液,第二个量筒中加入 1 mL 2-丁酮标准溶液,第三个量筒中加入 1 mL 不含羰基化合物的甲醇作空白对照用。
- A.3.2.4.2 向所有量筒中准确加入 0.05 mL 盐酸,充分混合,放在 50 °C 的水浴中加热 30 min。
- A.3.2.4.3 迅速冷却后,向各量筒加入 5 mL 氢氧化钾溶液。
- A.3.2.4.4 用不含羰基化合物的甲醇稀释每个量筒内的液体混合物到 25 mL。
- A.3.2.4.5 15 min 后,在 480 nm 下空白对照组甲醇的吸光度 A 应为“0”,测定样品或 2-丁酮标准液的吸光度 A。
- A.3.2.4.6 作吸光度 A-2-丁酮浓度(mg/100 mL)的标准曲线。

A.3.2.5 结果计算

羰基化合物含量 ρ_3 (以庚醛表示),以克每百毫升(g/100 mL)计,按式(A.3)计算:

$$\rho_3 = \frac{B_2 \times V \times M_{r1}}{1\,000 \times M_{r2}} \quad \dots \dots \dots \quad (\text{A.3})$$

式中:

- B_2 ——由样品的吸光度 A 在标准曲线上读得(以 2-丁酮表示),单位为毫克每百毫升(mg/100 mL);
- V ——样品的稀释倍数;
- M_{r1} ——庚醛的相对分子质量;
- 1 000 ——换算系数;
- M_{r2} ——2-丁酮的相对分子质量。