

中华人民共和国国家标准

GB 29943—2013

食品安全国家标准

食品添加剂 棕榈酸视黄酯(棕榈酸维生素A)

2013-11-29 发布

2014-06-01 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 棕榈酸视黄酯（棕榈酸维生素A）

1 范围

本标准适用于以醋酸维生素A（或 β -紫罗兰酮）和棕榈酸为主要原料，经加工制得的食品添加剂棕榈酸视黄酯（棕榈酸维生素A或维生素A棕榈酸酯）。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

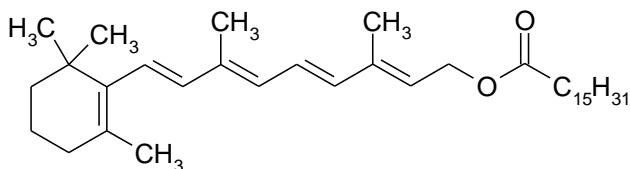
2.1 化学名称

3,7-二甲基-9-(2,6,6-三甲基-1-环己烯-1-基)-2,4,6,8-壬四烯-1-棕榈酸酯

2.2 分子式

$C_{36}H_{60}O_2$

2.3 结构式



2.4 相对分子质量

525.09（按2007年国际相对原子质量）

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
色泽	淡黄色至黄棕色	取适量试样置于白瓷点滴板上，在自然光线下，观察其色泽和状态
状态	油状液体（低温时可固化）	

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
棕榈酸视黄酯(棕榈酸维生素A)含量 ^{a)/ (IU/g)} ≥	5×10^5	附录A中A.4
酸值(以KOH计)/(mg/g) ≤	2.0	附录A中A.5
过氧化值/(meq/kg) ≤	10.0	GB/T 5538
铅(Pb)/(mg/kg) ≤	2	GB 5009.12
注:商品化的棕榈酸视黄酯(棕榈酸维生素A)产品应以符合本标准的棕榈酸视黄酯(棕榈酸维生素A)为原料,可添加符合相关食品质量规格要求的食用植物油、淀粉、糊精、蔗糖、抗氧化剂、抗结剂、增稠剂等辅料而制成。		
^{a)} 维生素A以维生素A醇当量或国际单位(IU)表示,1μg维生素A醇当量=3.33 IU。棕榈酸视黄酯(棕榈酸维生素A)实际含量为标示量的95.0%~110.0%。		

附录 A

检验方法

A. 1 操作提示

试样应在密闭、避光和不超过25℃条件下贮存。配制的试样溶液应尽快使用，建议在2 h内使用。试样中如出现结晶，可在65℃条件下混匀，但加热时间不宜过长。含量测定过程中，应最小程度地接触光和空气中的氧及其他氧化剂，使用低光化玻璃仪器。

A. 2 一般规定

本标准除另有规定外，所用试剂的纯度应在分析纯以上，所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，应按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的规定制备，实验用水应符合GB/T 6682—2008中三级水的规定。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. 3 鉴别试验

A. 3. 1 试剂和材料

- A. 3. 1. 1 棕榈酸视黄酯（棕榈酸维生素A）对照品。
- A. 3. 1. 2 环己烷溶液：每升环己烷中含1 g二丁基羟基甲苯。
- A. 3. 1. 3 展开剂：环己烷+乙醚（4+1）。
- A. 3. 1. 4 色谱用硅胶板。

A. 3. 2 分析步骤

A. 3. 2. 1 试样溶液的制备

称取适量试样，用环己烷溶液配制成每毫升中约含3.3 IU棕榈酸视黄酯（棕榈酸维生素A）的试样溶液。

A. 3. 2. 2 对照溶液的制备

称取适量棕榈酸视黄酯（棕榈酸维生素A）对照品，用环己烷溶液配制成每毫升中约含3.3 IU棕榈酸视黄酯（棕榈酸维生素A）的对照溶液。

A. 3. 2. 3 薄层色谱分析

分别量取试样溶液和对照溶液各3 μ L，于色谱用硅胶板上分别点样后置于盛有展开剂的层析缸中，展开至溶剂前沿距原点超过15 cm，取出硅胶板，晾干，在紫外灯下（波长254 nm处）观察。试样溶液显示的主斑点应与对照溶液所显示主斑点的位置一致。

A. 4 棕榈酸视黄酯（棕榈酸维生素A）含量的测定

A. 4. 1 试剂和材料

- A. 4. 1. 1 戊烷。
- A. 4. 1. 2 异丙醇：色谱纯。

A. 4. 1. 3 甲醇：色谱纯。

A. 4. 1. 4 水：GB/T 6682—2008中的一级水。

A. 4. 1. 5 异丙醇溶液：每升异丙醇中含1 g二丁基羟基甲苯。

A. 4. 1. 6 四丁基氢氧化铵溶液：0.1 mol/L，以异丙醇为溶剂配制。

A. 4. 1. 7 全反式醋酸维生素A标准品：按A.4.3.1紫外分光光度法测定标准品中醋酸维生素A的含量。在测定过程中，用全反式醋酸维生素A标准品作为试样，试样溶液的最大吸收峰应在326 nm附近，且吸光度比值 A_{λ}/A_{326} 符合表A.1的要求。

A. 4. 2 仪器和设备

A. 4. 2. 1 紫外分光光度计。

A. 4. 2. 2 高效液相色谱仪，配紫外检测器（检测波长326 nm）。

A. 4. 3 分析步骤

A. 4. 3. 1 紫外分光光度法

A. 4. 3. 1. 1 方法提要

维生素A分子中含有5个共轭双键，在波长326 nm附近具有最大吸收峰，其最大吸收峰的位置随溶剂不同而异，因而可用于含量测定。

A. 4. 3. 1. 2 试样溶液的制备

称取试样25 mg~100 mg，精确至0.001 g，加入5 mL戊烷，并用异丙醇稀释配制成每毫升含10 IU~15 IU棕榈酸视黄酯（棕榈酸维生素A）或醋酸维生素A的试样溶液。

A. 4. 3. 1. 3 测定

取适量试样溶液，采用紫外分光光度法验证试样溶液的最大吸收峰是否在326 nm附近。如果试样溶液的最大吸收峰在326 nm附近，则测定试样溶液在波长300 nm、326 nm、350 nm和370 nm处的吸光度，并计算不同波长下的吸光度 A_{λ} 与326 nm处吸光度 A_{326} 之比 A_{λ}/A_{326} 。

如果不同波长的吸光度比值符合表A.1的要求，则按A.4.4结果计算中的公式（A.1）计算试样中棕榈酸视黄酯（棕榈酸维生素A）或醋酸维生素A的含量。

如果试样溶液的最大吸收峰不在326 nm附近，或者吸光度比值有一项或多项不符合表A.1的要求，则应按A.4.3.2液相色谱法测定含量。

表A. 1 不同波长的吸光度比值

吸光度之比	指标
A_{300}/A_{326}	≤ 0.60
A_{350}/A_{326}	≤ 0.54
A_{370}/A_{326}	≤ 0.14

A. 4. 3. 2 液相色谱法

A. 4. 3. 2. 1 方法提要

棕榈酸视黄酯（棕榈酸维生素A）在四丁基氢氧化铵的作用下，水解为维生素A醇，注入反相色谱柱上，用流动相洗脱分离，紫外检测器测定，外标法计算棕榈酸视黄酯（棕榈酸维生素A）含量。

A. 4. 3. 2. 2 参考色谱条件

- A. 4. 3. 2. 2. 1 色谱柱: C₁₈液相色谱柱, 125 mm×4 mm, 粒径5 μm, 或同等性能的色谱柱。
 - A. 4. 3. 2. 2. 2 流动相: 甲醇:水=95:5(体积比)。
 - A. 4. 3. 2. 2. 3 流速: 1 mL/min。
 - A. 4. 3. 2. 2. 4 检测波长: 325 nm。
 - A. 4. 3. 2. 2. 5 进样量: 10 μL。
 - A. 4. 3. 2. 2. 6 保留时间: 维生素A醇的保留时间约为3 min。

A. 4. 3. 2. 3 试样溶液的制备

称取约0.1 g试样，精确至0.0001 g，置于100mL容量瓶中，用5 mL戊烷迅速溶解。加入40 mL四丁基氢氧化铵溶液。轻轻振摇，让混合液在60℃~65℃下水解反应10 min（可采用水浴超声处理）。冷却至室温，用异丙醇溶液稀释至100 mL，轻摇混匀防止产生气泡，得到试样储备液。移取适量试样储备液，用异丙醇稀释配制成每毫升约含100 IU棕榈酸视黄酯（棕榈酸维生素A）的试样溶液。

A. 4. 3. 2. 4 标准溶液的制备

称取适量全反式醋酸维生素A标准品（称样量约含 1×10^5 IU全反式醋酸维生素A），精确至0.000 1 g，置于100 mL容量瓶中，用5 mL戊烷迅速溶解。加入40 mL四丁基氢氧化铵溶液。轻摇混匀，让混合液在60℃~65℃下水解反应10 min（可采用水浴超声处理）。冷却至室温，用异丙醇溶液稀释至100 mL，轻摇混匀，防止产生气泡，得到标准储备液。

移取5.0 mL标准储备液，置于50 mL容量瓶中，用异丙醇稀释定容至刻度，得到标准溶液。

A. 4. 3. 2. 5 测定

在A.4.3.2.2参考色谱条件下，分别对试样溶液和标准溶液进行测定，重复进样两次，分别记录相应色谱图中维生素A醇的峰面积值。按A.4结果计算中的公式（A.2）计算试样中棕榈酸视黄酯（棕榈酸维生素A）的含量。

A. 4. 4 结果计算

A. 4. 4. 1 紫外分光光度法

棕榈酸视黄酯（棕榈酸维生素A）或醋酸维生素A含量 w_1 以国际单位每克（IU/g）计，按公式（A.1）计算：

$$w_1 = \frac{A_{326} \times 1900 \times V}{m \times 100} \dots \dots \dots \quad (\text{A.1})$$

式中：

A_{326} —试样溶液在326 nm处的吸光度;

1900——棕榈酸视黄酯(棕榈酸维生素A)或醋酸维生素A的吸光度与含量之间的换算系数;

V——试样溶液的稀释体积, 单位为毫升 (mL);

m—试样的质量, 单位为克 (g);

100——换算系数。

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2 %。

A. 4. 4. 2 液相色谱法

棕榈酸视黄酯（棕榈酸维生素A）含量 w_2 以国际单位每克（IU/g）计，按公式（A.2）计算：

$$w_2 = \frac{A_1 \times c \times m_2}{A_2 \times m_1} \dots \dots \dots \quad (\text{A.2})$$

式中：

A_1 ——试样溶液色谱图中维生素A醇的平均峰面积值；

c ——用A.4.3.1紫外分光光度法测得的全反式醋酸维生素A标准品的含量，单位为国际单位每克（IU/g）；

m_2 ——全反式醋酸维生素A标准品的称样量，单位为毫克（mg）；

A_2 ——标准溶液色谱图中维生素A醇的平均峰面积值；

m_1 ——试样的质量，单位为毫克（mg）。

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10 %。

A. 5 酸值的测定

A. 5. 1 试剂和材料

A. 5. 1. 1 无水乙醇。

A. 5. 1. 2 石油醚。

A. 5. 1. 3 氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液： c （KOH）=0.1 mol/L。

A. 5. 1. 4 酚酞指示液：10 g/L。

A. 5. 2 分析步骤

准确称取约2 g试样，精确到0.001 g，溶于50 mL由等体积无水乙醇和石油醚组成的混合溶剂中（该混合溶剂预先用氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液滴定至中性），若试样不能完全溶解，则加热到约90℃以确保试样完全溶解。加入0.5 mL酚酞指示液，立即用氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液滴定，滴定至溶液呈淡粉色并维持30 s不褪色即为滴定终点。

A. 5. 3 结果计算

酸值（以KOH计） w_3 以毫克每克（mg/g）计，按公式（A.3）计算：

$$w_3 = \frac{V \times c \times M}{m} \dots \dots \dots \quad (\text{A.3})$$

式中：

V ——试样所消耗氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c ——氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——氢氧化钾的摩尔质量，单位为毫克每毫摩尔（mg/mmol）[M （KOH）=56.1]；

m ——试样的质量，单位为克（g）。

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5 %。