中华人民共和国国家标准

GB ××××—××××

食品安全国家标准
食品添加剂 茶黄素

（征求意见稿）

食品安全国家标准公开征求意见

××××-××-××发布　　××××-××-××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 茶黄素

1 范围

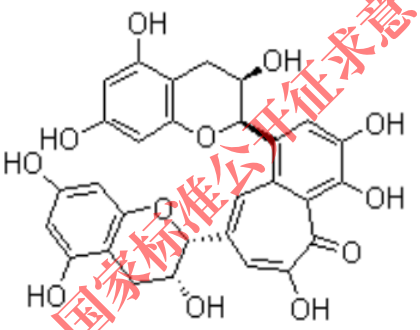
本标准适用于以新鲜茶叶或茶多酚为原料，通过酶促反应转化，经分离纯化、浓缩、干燥制得的食品添加剂茶黄素。

2 主要成分的化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

2.1 茶黄素（TF）

分子式：$C_{29}H_{24}O_{12}$

结构式：

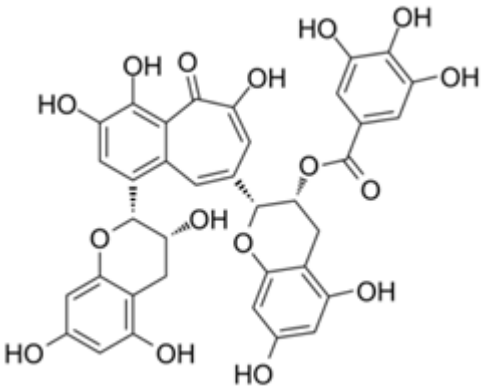


相对分子质量：564.5（按2018年国际相对原子质量）

2.2 茶黄素-3-没食子酸酯（TF-3-G）

分子式：$C_{36}H_{28}O_{16}$

结构式：



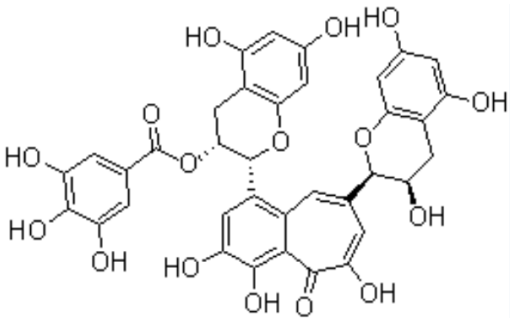
相对分子质量：716.60（按2018年国际相对原子质量）

食品安全国家标准公开征求意见

2.3 茶黄素-3'-没食子酸酯（TF-3'-G）

分子式：$C_{36}H_{28}O_{16}$

结构式：



相对分子质量：716.60（按2018年国际相对原子质量）

2.4 茶黄素-3,3'-双没食子酸酯（TFDG）

分子式：$C_{36}H_{28}O_{16}$

结构式：

相对分子质量：868.70（按 2018 年国际相对原子质量）

食品安全国家标准公开征求意见

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	橙黄色至红褐色	取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光下观察色泽、状态。
状态	粉末或晶状粉末	

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
茶黄素含量， *w*/（%） ≥	20.0	附录 A 中 A.4
咖啡碱含量， *w*/（%） ≤	5.0	附录 A 中 A.5
水分，*w*/（%） ≤	6.0	GB 5009.3[a]
灰分，*w*/（%） ≤	2.0	GB 5009.4
总砷（以 As 计）/（mg/kg） ≤	2.0	GB 5009.76 或 GB 5009.11
铅（以 Pb 计）/（mg/kg） ≤	2.0	GB 5009.75 或 GB 5009.12
[a] 干燥温度、时间分别为 105℃ ±2℃、4h。		

3.3 微生物指标

微生物指标应符合表 3 的规定。

表 3 微生物指标

项　目	限量	检验方法
菌落总数/（CFU/g） ≤	1000	GB 4789.2
霉菌和酵母/（CFU /g） ≤	100	GB 4789.15
大肠菌群/（MPN/g） ≤	3.0	GB 4789.3
大肠埃希氏菌/（MPN/g） ≤	3.0	GB 4789.38
沙门氏菌/（/25 g）	不得检出	GB 4789.4

食品安全国家标准公开征求意见

附录 A

检验方法

A.1 安全提示

本标准的检验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作时应采取适当的安全和防护措施。使用易燃品时，严禁使用明火加热。

A.2 一般规定

本质量规格要求除另有规定外，所用试剂均为分析纯，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，试验用水应符合GB/T 6682的规定。试验中所用溶液在未注明用何种溶液配制时，均指水溶液。

A.3 鉴别试验

采用液相色谱法，方法步骤同 A.4，试样的液相色谱图应与茶黄素标准品液相色谱图一致，见附录 B 中图 B.1。

A.4 茶黄素含量的测定

A.4.1 方法提要

试样中的茶黄素经添加了稳定溶液的乙腈溶液提取后，经液相色谱仪 C_{18} 柱分离，紫外或二极管阵列检测器在 278nm 条件下检测，外标法定量。

A.4.2 试剂与材料

A.4.2.1 乙腈：色谱纯。

A.4.2.2 磷酸。

A.4.2.3 乙二胺四乙酸二钠。

A.4.2.4 L-抗坏血酸。

A.4.2.5 磷酸溶液（0.1%）：移取 1mL 磷酸至烧杯中，用适量水溶解后转移至 1000 mL 容量瓶并定容至刻度。

A.4.2.6 乙二胺四乙酸二钠溶液（10 mg/mL）：称取 1.00 g（精确至 0.01 g）乙二胺四乙酸二钠，用适量水溶解后转移至 100 mL 容量瓶并定容至刻度，临用现配。

A.4.2.7 L-抗坏血酸溶液（10 mg/mL）：避光条件下称取 1.00 g（精确至 0.01 g） L-抗坏血酸，用适量水溶解后转移至 100 mL 棕色容量瓶并定容至刻度，临用现配。

A.4.2.8 稳定溶液：分别移取 50 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液（A.4.2.6）、50 mL 抗坏血酸溶液（A.4.2.7）和 175 mL 乙腈（A.4.2.1）至 1000 mL 棕色容量瓶中，用水定容至刻度，临用现配。

A.4.3 标准品

A.4.3.1 茶黄素（TF）标准品（CAS 号：4670-05-7）：纯度≥98%，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

A.4.3.2 茶黄素-3-没食子酸酯（TF-3-G）标准品（CAS 号：30462-34-1）：纯度≥98%，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

A.4.3.3 茶黄素-3'-没食子酸酯（TF-3’-G）标准品（CAS 号：28543-07-9）：纯度≥98%，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

A.4.3.4 茶黄素-3,3'-双没食子酸酯（TFDG）标准品（CAS 号：30462-35-2）：纯度≥98%，

食品安全国家标准公开征求意见

或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

A.4.4 标准溶液配制

A.4.4.1 茶黄素标准储备溶液（2.00 mg/mL）：分别准确称取茶黄素（TF）、茶黄素-3-没食子酸酯（TF-3-G）、茶黄素-3'-没食子酸酯（TF-3'-G）、茶黄素-3,3'-双没食子酸酯（TFDG）20 mg（精确至 0.0001 g）于烧杯中，加入适量稳定溶液（A.4.2.8）溶解，转移至 10 mL 容量瓶并定容至刻度；混匀后转移至棕色玻璃容器中，于 4℃冰箱中保存，保存期 6 个月。

A.4.4.2 茶黄素混合标准系列工作溶液：分别准确移取适量 TF、TF-3-G、TF-3'-G、TFDG 标准储备溶液于 10 mL 容量瓶中，用稳定溶液（A.4.2.8）定容至刻度，配成 20 μg/mL、50 μg/mL、100 μg/mL、200 μg/mL、300 μg/mL 的混合标准工作溶液，临用现配。

A.4.5 仪器和设备

A.4.5.1 高效液相色谱仪：带有紫外检测器或二极管阵列检测器。

A.4.5.2 分析天平：感量为 0.01 g、0.0001 g。

A.4.5.3 0.45 μm 聚四氟乙烯滤膜。

A.4.6 分析步骤

A.4.6.1 试样溶液的制备

准确称取试样 0.1 g（精确至 0.0001 g）于烧杯中，用适量稳定溶液（A.4.2.8）溶解后转移至 100 mL 棕色容量瓶并定容至刻度。混匀后，经 0.45 μm 聚四氟乙烯滤膜过滤至棕色进样瓶中备用。

A.4.6.2 液相色谱参考条件

参考条件如下：

a) 色谱柱：C_{18} 反相色谱柱（150 mm×4.6 mm，3.5 μm）或性能相当者。

b) 流动相：A 相为乙腈（A.4.2.1），B 相为磷酸溶液（A.4.2.5），梯度洗脱程序见表 A.1。

c) 流速：1 mL/min；

d) 柱温：35℃；

e) 进样量：10 μL

f) 波长：278 nm。

表A.1 流动相梯度洗脱程序

时间（min）	A（%）	B（%）
0.0	17.5	82.5
0.5	17.5	82.5
15.0	25.0	75.0
24.0	25.0	75.0
24.5	50.0	50.0
29.5	50.0	50.0
30.0	17.5	82.5
35.0	17.5	82.5

A.4.6.3 测定

在参考色谱条件下，分别将系列标准溶液、试样溶液注入液相色谱仪中进行测定。由混合标准系列溶液的质量浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，由色谱软件工作站拟合标准曲线。试样溶液测得峰面积，根据标准曲线得到待测液中各种茶黄素的质量浓度。

各组分的参考保留时间和色谱图见附录 B.1。

食品安全国家标准公开征求意见

A.4.7　结果计算

试样中茶黄素各组分的质量分数 w_i，按式（A.1）计算

$$w_i=\frac{c_i\times V}{m\times1000\times1000}\times100\% \quad\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots（A.1）$$

式中：

c_i——待测液中茶黄素各组分的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V——试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m——试样的质量，单位为克（g）；

1000——换算因子

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茶黄素的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的5%。

试样中茶黄素的质量分数w，按式（A.2）计算

$$w=w_{TF}+w_{TF\text{-}3\text{-}G}+w_{TF\text{-}3'\text{-}G}+w_{TFDG} \quad\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots（A.2）$$

式中：

w_{TF}——试样中 TF 的质量分数；

$w_{TF\text{-}3\text{-}G}$——试样中 TF-3-G 的质量分数；

$w_{TF\text{-}3'\text{-}G}$——试样中 TF-3'-G 的质量分数；

w_{TFDG}——试样中 TFDG 的质量分数。

A.5　咖啡碱含量的测定

A.5.1　方法提要

试样中的咖啡碱经甲醇-水溶液提取后，经液相色谱仪 C_{18} 柱分离，紫外或二极管阵列检测器在 273 nm 条件下检测，外标法定量。

A.5.2　试剂与材料

A.5.2.1　甲醇：色谱纯。

A.5.2.2　乙腈：色谱纯。

A.5.2.3　磷酸。

A.5.2.4　甲醇-水溶液（6+4）：量取 600 mL 无水乙醇加入 400 mL 水，混匀。

A.5.3　标准品

咖啡碱标准品（$C_8H_{10}N_4O_2$，CAS 号：58-08-2）：纯度≥99%，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

A.5.4　标准溶液配制

A.5.4.1　咖啡碱标准储备溶液（1.00 mg/mL）：准确称取咖啡碱标准品 20 mg（精确至 0.000 1 g）于烧杯中，加入适量甲醇-水溶液溶解并转移至 25 mL 容量瓶，用甲醇-水溶液定容至刻度，混匀，转移至棕色玻璃容器中，于 4℃冰箱中保存，保存期 6 个月。

A.5.4.2　咖啡碱标准系列工作溶液：分别准确移取咖啡碱标准储备液 50.0 μL、100 μL、250 μL、1.00 mL、2.50 mL、12.50 mL 于 50 mL 容量瓶中，用甲醇-水溶液定容至刻度，配成 1.00 μg/mL、2.00 μg/mL、5.00 μg/mL、20.0 μg/mL、50.0 μg/mL、250 μg/mL 的标准系列工作溶液，临用现配。

A.5.5　仪器和设备

A.5.5.1　高效液相色谱仪：带有紫外检测器或二极管阵列检测器

食品安全国家标准公开征求意见

A.5.5.2　分析天平：感量为 0.0001 g

A.5.6　**分析步骤**

A.5.6.1　试样溶液的制备

准确称取试样 0.05 g（精确至 0.0001 g）于烧杯中，用适量甲醇-水溶液溶解，并定容至 100 mL，混匀，经 0.45 μm 滤膜过滤，滤液备用。

A.5.6.2　液相色谱参考条件

参考条件如下：

a) 色谱柱：C_{18} 反相色谱柱 (250 mm×4.6 mm，5 μm)或性能相当者。

b) 流动相：A 相为甲醇，B 相为水，梯度洗脱程序见表 A.2。

c) 流速：1 mL/min。

d) 柱温：35℃。

e) 进样量：5 μL。

f) 波长：273 nm。

表A.2 洗脱梯度参考条件

时间（min）	甲醇（%）	水（%）
0.0	20	80
12.0	20	80
12.1	100	0
18.0	100	0
18.1	20	80
25.0	20	80

A.5.6.3　测定

在参考色谱条件下，分别将系列标准溶液、试样溶液注入液相色谱仪中进行测定。由标准系列溶液的质量浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，由色谱软件工作站拟合标准曲线。试样溶液测得峰面积，根据标准曲线得到待测液中咖啡碱的质量浓度。

各组分的参考保留时间和色谱图见附录 B.2。

A.5.7　**结果计算**

试样中咖啡碱的质量分数 w，按式（A.3）计算

$$w = \frac{c \times V}{m \times 1000 \times 1000} \times 100\% \qquad \text{（A.3）}$$

式中：

c——待测液中咖啡碱的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V——试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m——试样的质量，单位为克（g）；

1000——换算因子

试验结果以平行测定结果的算术平均值为准，保留两位有效数字。在重复性条件下获得茶黄素的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的5%。

食品安全国家标准公开征求意见

附录 B

茶黄素标准品、茶黄素中咖啡碱含量的高效液相色谱图

B.1 茶黄素标准品高效液相色谱图

茶黄素标准品高效液相色谱图参见图 B.1。

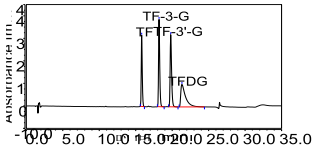


图 B.1 茶黄素标准溶液样品液相色谱图

TF—茶黄素

TF-3-G—茶黄素-3-没食子酸酯

TF-3’G—茶黄素-3’-没食子酸酯

TFDG—茶黄素-3,3’-没食子酸酯

B.2 茶黄素中咖啡碱含量的高效液相色谱图

茶黄素中咖啡因含量的高效液相色谱图见图 B.2。

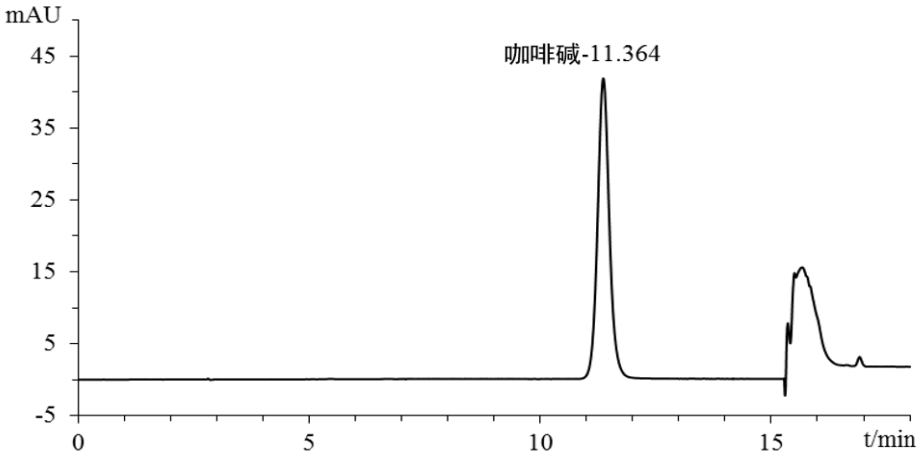


图 B.2 茶黄素中咖啡碱含量的高效液相色谱图

食品安全国家标准公开征求意见