

中华人民共和国国家标准

GB 28314—XXXX

食品安全国家标准 食品添加剂 辣椒油树脂

(征求意见稿)

202×-××-××发布

202×-××-××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

前 言

本标准代替GB 28314—2012《食品安全国家标准 食品添加剂 辣椒油树脂》。

本标准与GB 28314—2012相比，主要变化如下：

- 修改了范围、感官要求、辣椒素含量和溶剂残留要求；
- 修改了降二氢辣椒碱的分子式和分子量；
- 修改了辣椒素含量的测定方法；
- 修改了溶剂残留的测定方法。

食品安全国家标准公开征求意见

食品安全国家标准

食品添加剂 辣椒油树脂

1 范围

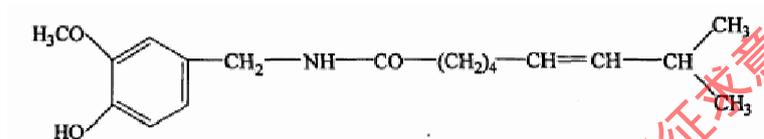
本标准适用于以茄科植物辣椒 (*Capsicum annuum* L.) 或 (*Capsicum frutescens* L.) 的果实为原料, 经溶剂萃取、分离等步骤加工精制而成的食品添加剂辣椒油树脂。使用溶剂为甲醇、乙醇、乙酸乙酯、丙酮、正己烷、异丙醇、二氯甲烷。

2 分子式、结构式、相对分子质量

2.1 辣椒碱

分子式: $C_{18}H_{27}NO_3$

结构式:

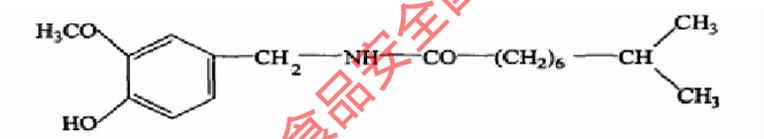


相对分子质量: 305.42 (按2022年国际相对原子质量)

2.2 二氢辣椒碱

分子式: $C_{18}H_{29}NO_3$

结构式:

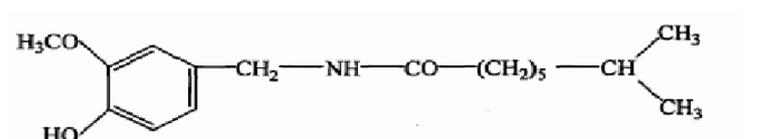


相对分子质量: 307.43 (按2022年国际相对原子质量)

2.3 降二氢辣椒碱

分子式: $C_{17}H_{27}NO_3$

结构式:



相对分子质量: 293.41 (按2022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	(米)黄色、红色至深红(褐)色	取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下观察其色泽和状态，嗅其气味。
状态	油状液体或膏状	
气味	辛辣刺激气味	

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
辣椒素含量, w/%	1.0~50.0	附录 A 中 A.3
溶剂残留(甲醇、乙酸乙酯、正己烷、异丙醇、二氯甲烷总和) / (mg/kg) ≤	50	附录 A 中 A.4
铅(Pb) / (mg/kg) ≤	2.0	GB 5009.75 或 GB 5009.12
砷(As) / (mg/kg) ≤	3.0	GB 5009.76 或 GB 5009.11
注：商品化的辣椒油树脂产品应以符合本标准的辣椒油树脂为原料，可添加食用植物油等食品辅料和/或符合食品添加剂质量规格要求的乳化剂、抗氧化剂等，其辣椒素含量符合声称值。		

食品安全国家标准公开征求意见稿

附录 A

检验方法

A.1 一般规定

本标准所用试剂和水在未注明其他要求时，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、杂质测定用标准溶液、制剂和制品在未注明其他要求时，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 溶解性

几乎不溶于水，部分溶于乙醇，不溶于甘油。

A.2.2 最大吸收峰

样品的正己烷溶液在波长445 nm附近有最大吸收峰。

A.2.3 颜色反应

取1滴辣椒油树脂样品，加入2滴~3滴氯仿和1滴硫酸，与容器接触面的溶液颜色呈棕色至深蓝色。

A.3 辣椒素含量的测定

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 水：符合GB/T 6682规定的一级水。

A.3.1.2 乙腈：色谱纯。

A.3.1.3 冰乙酸：色谱纯。

A.3.1.4 95%乙醇：色谱纯。

A.3.1.5 丙酮：色谱纯。

A.3.1.6 *N*-香草基-*n*-壬胺（合成辣椒碱）标准品（CAS号：2444-46-4）：纯度 $\geq 95\%$ 。

A.3.2 仪器和设备

A.3.2.1 高效液相色谱仪：配备紫外或荧光检测器。

A.3.2.2 C18固相萃取小柱：500 mg，6 mL。（使用前用5 mL 95%乙醇对固相小柱进行活化）

A.3.2.3 分析天平：感量为0.0001 g、0.001 g。

A.3.3 参考色谱条件

A.3.3.1 色谱柱：C18色谱柱（ Φ 4.6 mm \times 15 cm），5 μ m，或同等性能的色谱柱。

A.3.3.2 流动相：1%冰乙酸溶液-乙腈，体积比为60:40。

A.3.3.3 进样量：20 μ L。

A.3.3.4 流速：1.5 mL/min。

A.3.3.5 紫外检测波长：280 nm；或荧光激发波长：280 nm，发射波长325 nm。

A.3.3.6 柱温：30 $^{\circ}$ C。

A.3.4 分析步骤

A.3.4.1 标准溶液的制备

精确称取10 mg标准品（精确至0.0001 g），用95%乙醇溶解并定容至100 mL，得到浓度为0.1 mg/mL的标准液，密封后贮于4 $^{\circ}$ C冰箱中备用，有效期6个月。

A.3.4.2 试样溶液的制备

准确称取适量试样（辣椒素含量约1%时称取1.000 g，约2%时称取0.500 g，以此类推），加入5 mL丙酮，使样品完全溶解，用95%乙醇稀释定容至50 mL。移取5 mL稀释液过C18固相萃取小柱，并用5 mL 95%乙醇淋洗萃取小柱3次，收集滤液和洗脱液后，用95%乙醇定容至25 mL。取过滤稀释液经0.45 μm滤膜过滤后，作为试样溶液备用。

A.3.4.3 测定

在A.3.3参考色谱条件下，对试样溶液和标准溶液进行色谱分析。根据标准溶液中不同组分的相对保留时间（参见表A.1）定性试样溶液中待测组分辣椒碱、二氢辣椒碱、降二氢辣椒碱的色谱峰，由峰面积计算各组分的质量分数。

表 A.1 标准溶液中不同组分的相对保留时间参考值

待测组分	相对保留时间
辣椒碱	1.02
二氢辣椒碱	1.52
降二氢辣椒碱	0.92

A.3.5 结果计算

试样中待测组分（辣椒碱、二氢辣椒碱、降二氢辣椒碱）的质量分数 w_i ，按式（A.1）计算：

$$w_i = \frac{A_i \times c_s}{A_s \times c_t \times R_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

i ——取1、2、3，分别表示辣椒碱、二氢辣椒碱、降二氢辣椒碱；

w_i ——试样溶液中待测组分的质量分数；

A_i ——试样溶液中待测组分的峰面积；

c_s ——标准溶液的浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

A_s ——标准溶液中待测组分的峰面积；

c_t ——试样进样溶液的浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

R_i ——试样溶液中待测组分的响应因子：紫外 0.89（辣椒碱）、0.93（二氢辣椒碱）、0.98（降二氢辣椒碱）；荧光 0.88（辣椒碱）、0.93（二氢辣椒碱）、0.92（降二氢辣椒碱）。

计算结果保留三位有效数字。

由式（A.1）计算得到辣椒碱、二氢辣椒碱、降二氢辣椒碱的含量分别为 w_1 、 w_2 、 w_3 ，三者之和即为试样中辣椒素含量，以质量分数 w 计，数值以%表示。

试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5.0%。

A.4 溶剂残留（甲醇、乙酸乙酯、正己烷、异丙醇、二氯甲烷）的测定

A.4.1 试剂和材料

A.4.1.1 水：符合GB/T 6682规定的一级水。

A. 4. 1. 1 甲醇、乙酸乙酯、正己烷、异丙醇、二氯甲烷标准物质：纯度 $\geq 99\%$ ，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

A. 4. 1. 2 *N, N*-二甲基甲酰胺（DMF）：色谱纯。

A. 4. 2 仪器和设备

气相色谱仪：配备氢火焰离子化检测器（FID）和顶空进样器。

A. 4. 3 参考色谱条件

A. 4. 3. 1 色谱柱：石英毛细管柱（0.32 mm \times 0.25 μ m \times 30 m），涂层为5%苯基-95%二甲基聚硅氧烷，或同等性能的色谱柱。

A. 4. 3. 2 载气：氮气。

A. 4. 3. 3 载气流速：0.7 mL/min。

A. 4. 3. 4 柱温：60 $^{\circ}$ C保持10 min。

A. 4. 3. 5 进样口温度：200 $^{\circ}$ C。

A. 4. 3. 6 检测器温度：300 $^{\circ}$ C。

A. 4. 3. 7 进样量：1.0 mL，分流比80：1。

A. 4. 4 参考顶空进样条件

A. 4. 4. 1 试样加热温度：70 $^{\circ}$ C。

A. 4. 4. 2 试样加热时间：30 min。

A. 4. 4. 3 定量环温度：80 $^{\circ}$ C。

A. 4. 4. 4 传输线温度：80 $^{\circ}$ C。

A. 4. 5 分析步骤

A. 4. 5. 1 空白溶液的制备

精确量取5.0 mL *N, N*-二甲基甲酰胺（DMF），移入顶空瓶中，封盖，70 $^{\circ}$ C加热30 min并剧烈振摇，混匀。

A. 4. 5. 2 标准溶液的制备

标准储备液：准确称取甲醇、乙酸乙酯、正己烷、异丙醇、二氯甲烷标准物质（A.4.1.2）各0.05 g（精确至0.0001 g），溶于*N, N*-二甲基甲酰胺中，并用*N, N*-二甲基甲酰胺稀释至50 mL容量瓶中，定容。此溶液1.0 mL相当于1.0 mg甲醇、乙酸乙酯、正己烷、异丙醇、二氯甲烷。放置于4 $^{\circ}$ C冰箱保存备用。

标准工作液：准确吸取1.0 mL标准储备液于100 mL容量瓶中，用*N, N*-二甲基甲酰胺定容，充分混匀。此溶液1.0 mL相当于10 μ g甲醇、乙酸乙酯、正己烷、异丙醇、二氯甲烷。

A. 4. 5. 3 标准曲线绘制

吸取标准工作液0.25 mL、0.5 mL、1 mL、2 mL和5 mL于顶空瓶中分别用*N, N*-二甲基甲酰胺定容至5.0 mL，用含聚四氟乙烯涂层垫片的铝盖封口。放入自动顶空仪中，将平衡好后的样品，自动导入气相色谱仪中进行分析。以其色谱峰高（峰面积）为纵轴，以对应的样品溶剂含量为横轴，制作标准曲线，或进行线性回归得到标准曲线方程。

A. 4. 5. 4 试样溶液的测定

称取0.5 g试样，精确至0.0001 g，置于顶空瓶中，加入5.0 mL *N, N*-二甲基甲酰胺（DMF），用含聚四氟乙烯涂层垫片的铝盖封口。溶解混匀后，放入自动顶空仪中，将平衡好后的样品，自动导入气相色谱仪中进行分析。

A. 4. 5. 5 结果计算

试样中待测组分（甲醇、乙酸乙酯、正己烷、异丙醇、二氯甲烷）的含量 w_i ，单位为毫克每千克（mg/kg），按式（A.2）计算：

$$w_i = \frac{m_0}{m} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

m_0 ——从标准曲线中得出的每种溶剂质量，单位为微克（ μg ）；

m ——试样的质量，单位为克（g）；

由式（A.2）计算得到甲醇、乙酸乙酯、正己烷、异丙醇、二氯甲烷的含量分别为 w_1 、 w_2 、 w_3 、 w_4 、 w_5 ，五者之和即为试样中溶剂残留的含量。计算结果保留三位有效数字。

试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%。称样量为0.5 g，本方法的检测限为：3.0 mg/kg，定量限为：10.0 mg/kg。

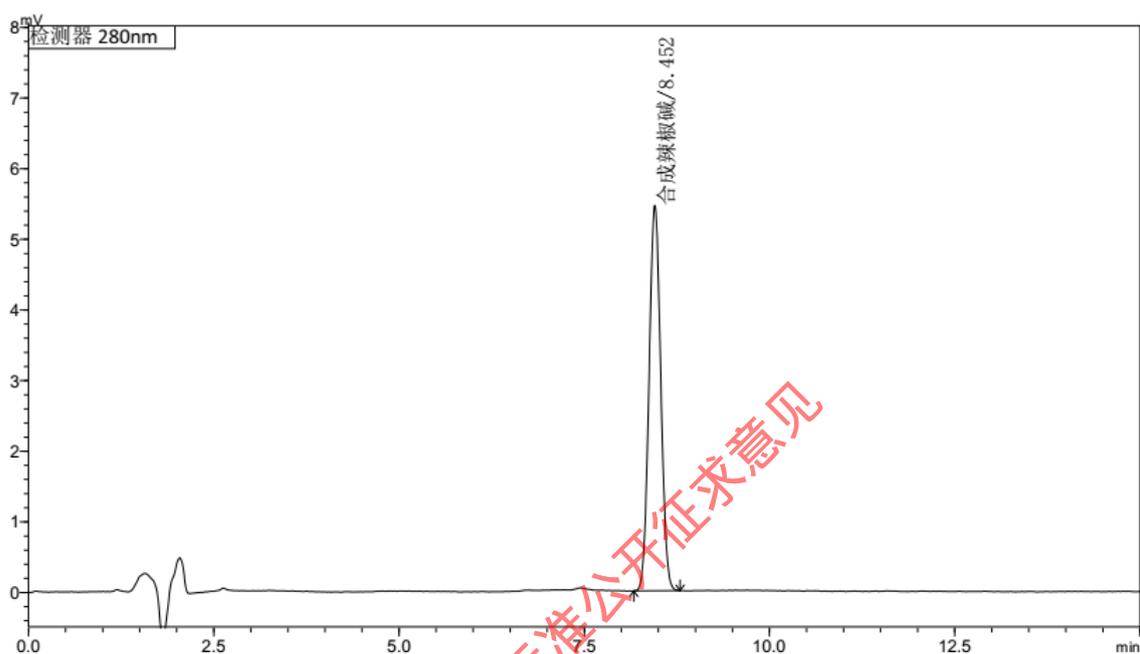
食品安全国家标准公开征求意见

附录 B

辣椒素含量测定方法的标准溶液液相色谱图

B.1 合成辣椒碱标准溶液液相色谱图

合成辣椒碱标准溶液液相色谱图见图B.1、图B.2。



图B.1 合成辣椒碱标准溶液液相色谱图
(紫外检测波长280 nm)

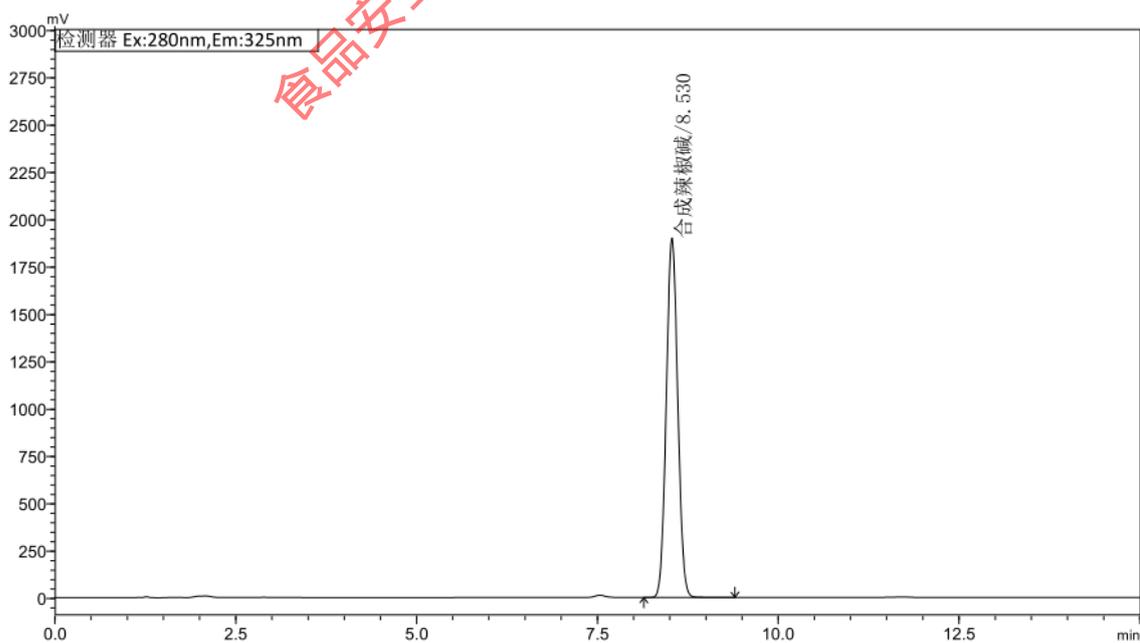


图 B.2 合成辣椒碱标准溶液液相色谱图
(荧光激发波长280 nm, 发射波长325 nm)

B.2 辣椒碱、二氢辣椒碱和降二氢辣椒碱标准溶液液相色谱图

辣椒碱、二氢辣椒碱和降二氢辣椒碱标准溶液液相色谱图见图B.3、图B.4。

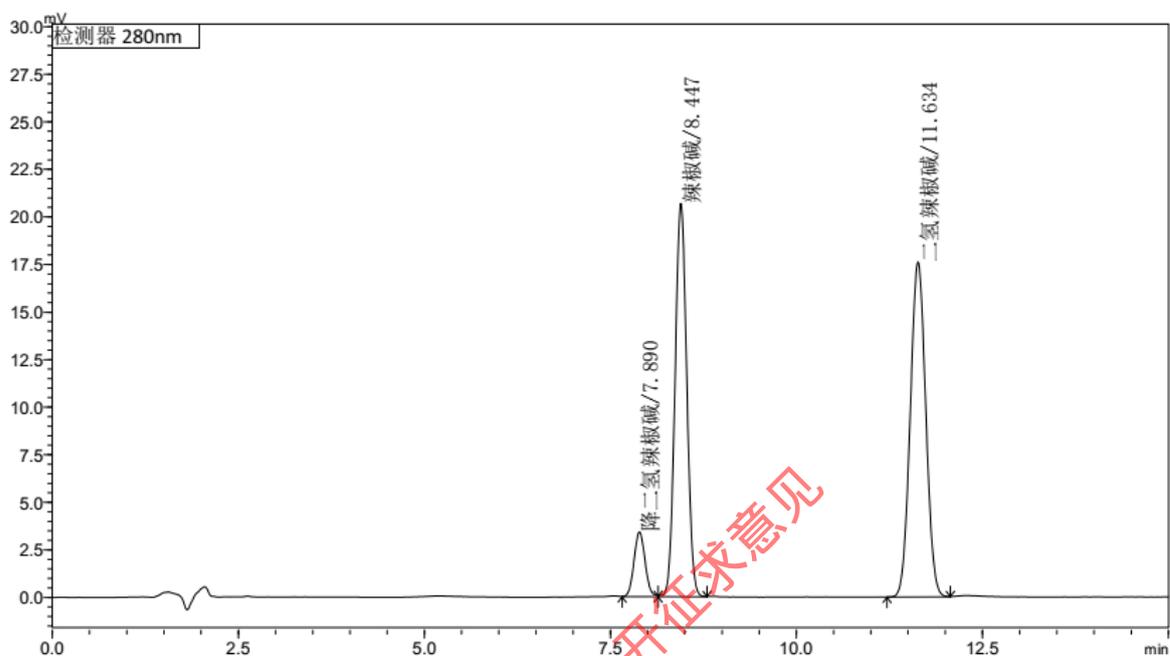


图 B.3 辣椒碱、二氢辣椒碱和降二氢辣椒碱标准溶液液相色谱图
(紫外检测波长280 nm)

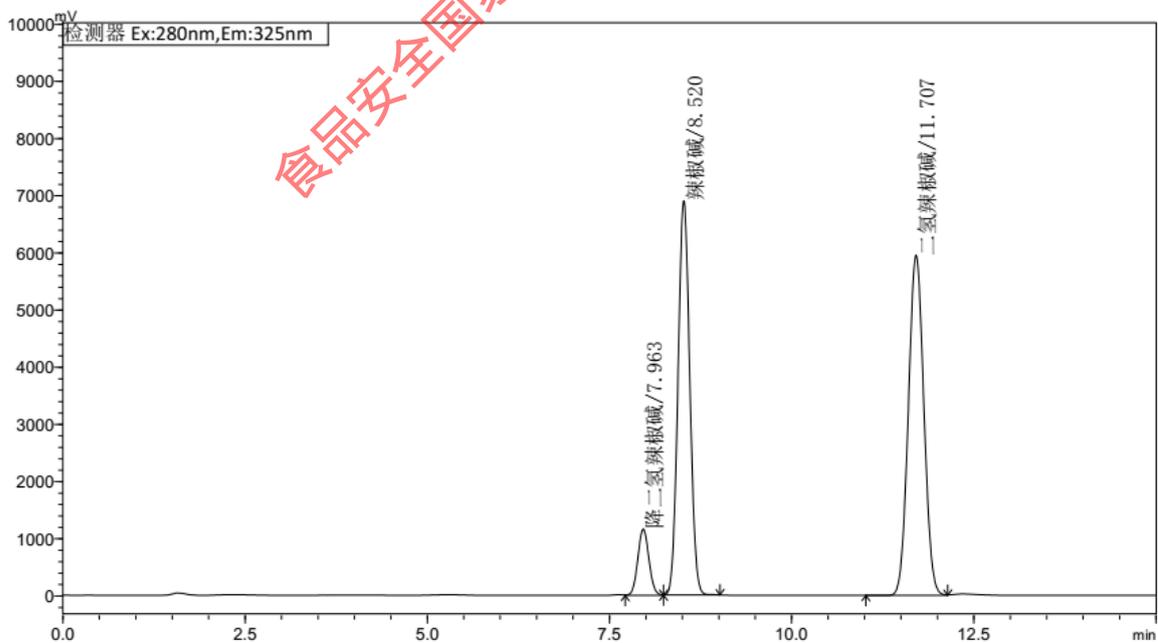


图 B.4 辣椒碱、二氢辣椒碱和降二氢辣椒碱标准溶液液相色谱图
(荧光激发波长280 nm, 发射波长325 nm)

附录 C

5种溶剂残留标准溶液气相色谱图

5种溶剂残留标准溶液气相色谱图见图C.1。

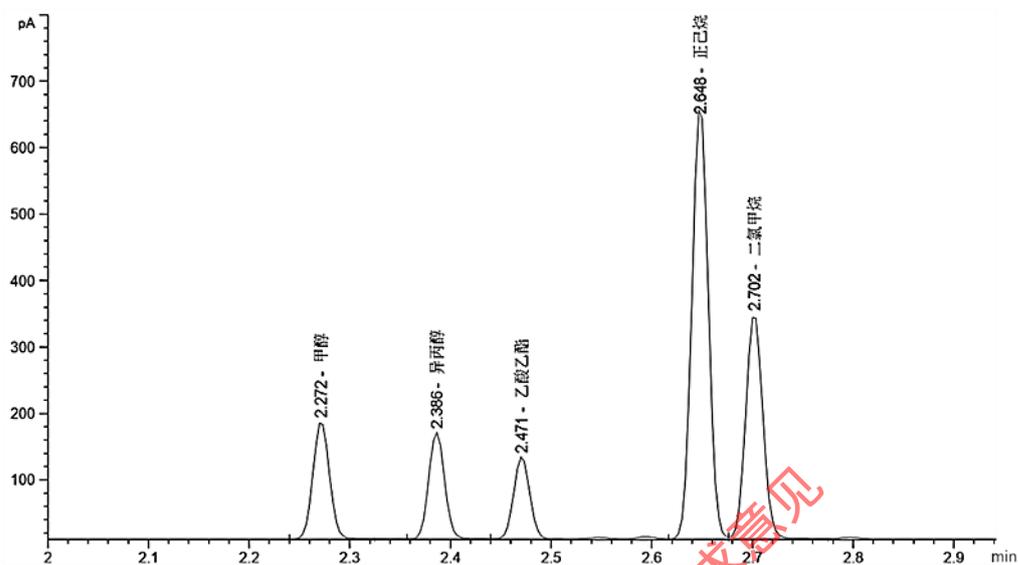


图 C.1 5种溶剂残留标准溶液气相色谱图

食品安全国家标准征求意见稿