ICS 67.220.20
X 40

中国食品添加剂和配料协会团体标准

T/CFAA 0005—2021

叶黄素原料 万寿菊油树脂

Lutein raw material—Tagetes extract

2021 年 1 月 20 日发布　　2021 年 1 月 20 日实施

中国食品添加剂和配料协会 发布

前　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国食品添加剂和配料协会着色剂专业委员会提出。

本文件由中国食品添加剂和配料协会团体标准技术委员会归口。

本文件起草单位：晨光生物科技集团股份有限公司、云南博浩生物科技集团股份有限公司、广州立达尔生物科技股份有限公司、河北东之星生物科技股份有限公司、青岛大学、中国食品工业发酵研究院有限公司。

本文件主要起草人：连运河、柏老六、陶正国、师法亭、孙瑾、张慧、彭雪菲、程远欣、刘春、姚亚龙、田瑞玲、徐晨、陈楠楠、苗瑞红、李田、朱慧勋、杜鉴、曹梦思。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——本文件为首次发布。

叶黄素原料 万寿菊油树脂

1 范围

本文件规定了食品添加剂叶黄素原料万寿菊油树脂（俗称万寿菊浸膏）的技术要求、原料要求、试验方法、检验规则。

本文件适用于以万寿菊花（*Tagetes erecta* L.）经发酵、干燥、粉碎、制粒得到万寿菊花颗粒，或直接以万寿菊花颗粒为原料，经溶剂萃取等工艺制得的叶黄素原料万寿菊油树脂。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 5009.3—2016 食品安全国家标准 食品中水分的测定

GB 5009.11 食品安全国家标准 食品中总砷及无机砷的测定

GB 5009.12 食品安全国家标准 食品中铅的测定

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

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
色泽	黄色至棕红色
状态	膏状
气味	万寿菊油树脂的特有气味
杂质	无正常视力可见异物

3.2 理化要求

应符合表2的规定。

表2　理化要求

项目		要　　求
叶黄素含量/（g/kg）	≥	120
干燥减量/%	≤	3.0
己烷类溶剂不溶物/%	≤	1
铅（Pb）/（mg/kg）	≤	2
总砷（以 As 计）/（mg/kg）	≤	3

4　原料要求

不得使用霉变、有异味的万寿菊花或万寿菊花颗粒。

5　试验方法

5.1　一般要求

本方法中所用的水，在未注明其他要求时，应符合GB/T 6682-2008中水的规格，所用试剂，在未注明其他规格时，均指分析纯。分析中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，在没有注明其它要求时，均按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的规定制备。

5.2　感官

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，检查其有无明显可见异物，并嗅其味。

5.3　叶黄素含量

5.3.1　试剂和溶液

5.3.1.1　正己烷。
5.3.1.2　氢氧化钾-甲醇溶液：40 g 氢氧化钾溶解于 100 mL 甲醇。
5.3.1.3　萃取剂：将正己烷、丙酮、无水乙醇和甲苯按体积比 10:7:6:7 混合摇匀。
5.3.1.4　硫酸钠溶液：10 g 无水硫酸钠溶解于 100 mL 水。

5.3.2　仪器和设备

5.3.2.1　分光光度计。
5.3.2.2　强力振荡器。
5.3.2.3　恒温水浴锅（带循环搅拌）。
5.3.2.4　分析天平：感量为 0.1 mg。
5.3.2.5　烘箱。
5.3.2.6　超声波清洗机。

5.3.3　分析步骤

5.3.3.1　样品溶液的制备

取适量样品放入50 ℃水浴锅中加热约1 h，或在 60 ℃烘箱中烘约30 min 使样品溶解，搅拌均匀后称取约0.3 g（精确到0.0001 g），置于50 mL容量瓶中，加萃取剂30 mL，超声使其完全溶解，冷却、定容、摇匀，然后移取 5 mL于100 mL容量瓶中。

准确移取25 mL萃取剂加入上述100 mL容量瓶中，轻摇溶解。准确移取2 mL氢氧化钾-甲醇溶液至容量瓶中，加盖轻轻摇匀，勿使液面超出刻度线。容量瓶瓶口加上空气冷凝管，在56 ℃±1 ℃水浴上加热皂化20 min±10 s，立即将容量瓶取出于冷水中冷却10 min以上，保证液温降至室温。去掉冷凝管向容量瓶中准确加入30 mL正己烷，然后轻轻摇匀，再加入硫酸钠溶液稀释定容，摇匀。加液后用200 次/min的频率在强力振荡器上振摇 2 min±10 s，之后将容量瓶置于避光处1 h（至上层液澄清，上层清液体积为50 mL）。移取上层清液2 mL至另一个100 mL容量瓶中，用正己烷定容至刻度，混匀。

5.3.3.2 测定

将样品溶液置于1 cm比色皿中，以正己烷做空白对照，用分光光度计在474 nm处测定吸光度（吸光度应控制在0.3~0.7之间，否则应调整样品溶液浓度，再重新测定吸光度）。

5.3.4 结果计算

样品中的叶黄素含量以质量分数 w_1 计，数值以克每千克（g/kg）表示，按式（1）计算：

$$w_1 = \frac{A \times 25000}{m \times 236} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：

w_1——样品中的叶黄素含量，单位为克每千克（g/kg）；

A——实测样品溶液的吸光度；

m——样品的质量，单位为克（g）；

25000——样品溶液的稀释倍数；

236——浓度为1 g/L的叶黄素溶液在正己烷中波长474 nm处的吸收系数。

计算结果保留到小数点后两位。

5.3.6 精密度

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其算术平均值的 2%。

5.4 己烷类溶剂不溶物

5.4.1 试剂

5.4.1.1 植物油抽提溶剂。

5.4.2 仪器和设备

5.4.2.1 电热恒温干燥箱。

5.4.2.2 恒温水浴锅（带循环搅拌）。

5.4.2.3 分析天平：感量为 0.1 mg。

5.4.2.4 干燥器（内有干燥剂）。

5.4.2.5 玻璃三角瓶

5.4.3 分析步骤

5.4.3.1　称取样品约 5 g（精确至 0.0001 g），置于 250 mL 玻璃三角瓶中，加入 100 mL 植物油抽提溶剂，然后将三角瓶放入 50 ℃水浴锅中加热约 20 min 至样品完全溶解。取干净滤纸置于 105 ℃干燥箱中，干燥 1 h 后取出，放入干燥器中冷却 0.5 h 后称重，重复干燥直至恒重。将之前溶解的样品溶液，使玻璃棒搅拌均匀，用滤纸过滤后再用适量的植物油抽提溶剂冲洗三角瓶和滤纸，直至滤纸无色（或不再变色），自然晾干后放入 105 ℃干燥箱中，干燥 2 h 后取出，放入干燥器中冷却 0.5 h 后称重，重复干燥直至恒重。

5.4.4　结果计算

样品中的己烷类溶剂不溶物以质量分数w_2计，数值以%表示，按式（2）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \text{……（2）}$$

式中：

w_2——样品中的己烷类溶剂不溶物，%；

m_1——过滤后滤纸和样品中不溶物的质量，单位为克（g）；

m_2——过滤前滤纸的质量，单位为克（g）；

m——样品的质量，单位为克（g）。

5.5　干燥减量

按GB 5009.3-2016中“直接干燥法”测定。

5.6　铅（Pb）

按GB 5009.12规定的方法测定。

5.7　总砷（以 As 计）

按GB 5009.11规定的方法测定。

6　检验规则

6.1　组批

同一批投料、同工艺、同一生产线连续生产的，质量均一的产品为一批。

6.2　抽样

抽样件数不得低于整批件数的5%，每件取样不得少于100 g，混合均匀后检测。

6.3　出厂检验

6.3.1　产品出厂前，应由生产厂的质检部门负责按本文件规定逐批进行检验，检验合格后方可出厂。

6.3.2　检验项目为感官、叶黄素含量、干燥减量。

6.4　型式检验

6.4.1　检验项目为本文件技术要求中规定的全部项目。

6.4.2　正常生产时，型式检验每半年进行一次，发生下列情况之一亦应进行：

a） 原辅材料有较大变化时；
b） 更改关键工艺或设备时；
c） 新试制的产品或正常生产的产品停产三个月后，重新恢复生产时；
d） 出厂检验与上次型式检验结果有较大差异时；
e） 国家质量监督机构按有关规定需要抽检时。

6.5 判定规则

6.5.1 抽取样品经检验，检验项目全部符合要求，判定该批产品符合本文件。

6.5.2 检验项目如有一项～两项不符合要求，应重新自同批产品中抽取两倍量样品进行复检，以复检结果为准。若仍有一项不符合要求，判定该批产品不符合本文件。检验结果如有三项及以上指标不符合要求，判定该批产品不符合本文件。