CCS X 83



中国营养保健食品协会团体标准

T/CNHFA 112. 3-2024

保健食品用原料 番茄红素(番茄源)

Raw Materials for Health Food lycopene (Tomato source)

2024-05-23 发布

2024-06-01 实施

前言

本标准按照 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。

本标准由中国营养保健食品协会提出并归口。

本标准根据《中国营养保健食品协会团体标准管理办法》制定。

本标准起草单位:北京联合大学应用文理学院保健食品功能检测中心、晨光生物科技集团股份有限公司、中粮屯河番茄有限公司、新疆红帆生物科技有限公司、中粮营养健康研究院和无限极(中国)有限公司。

本标准主要起草人:惠伯棣、闫文杰、焦丽卫、李瑶、刘蕊、高应权、刘沐霖、赵淑娜、卢庆 国、黎婉、谭奇敏、崔海滨、申玥琦、程远欣、李文治、焦丽娟。

保健食品用原料 番茄红素(番茄源)

1 范围

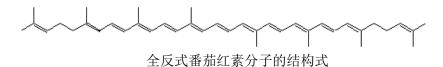
本标准适用于以番茄(Lycopersicon esculenlum Miller)果实及制品(包括果皮及干粉等)为原料,以超临界二氧化碳流体或有机溶媒(包括正己烷或乙酸乙酯)为萃取媒介,经萃取、分离、纯化得到的以番茄红素为标志性成分的萃取和浓缩物,以及根据保健食品剂型的需要所制备的商品化制备物,包括在添加或不添加保健食品辅料后,以不同比例稀释和分布的油悬物。

2 分子式、结构式和相对分子质量

2.1 分子式

 $C_{40}H_{56}$

2.2 结构式



2.3 相对分子质量

536.89 (按 2016 年国际相对原子质量)

3 技术要求

3.1 感官要求

萃取物、浓缩物和油悬物的感官要求应符合表 1 的规定。

项 要求 检验方法 萃取物 油悬物 目 浓缩物 色 深红色至紫红色 泽 具有番茄源番茄 取适量样品置于清洁、干燥的白 气 具有番茄源番茄红素萃取物应有的 红素萃取物和食 瓷盘中,在自然光下,观察其色 味 气味 用油应有的气味 泽、外观,嗅其气味,检查有无 膏状物或油状高 膏状物或结 膏状物或油状悬 异物。 状 浮物, 无肉眼可 粘度流体, 无肉 晶,无肉眼可 眼可见外来异物 见外来异物 见外来异物

表 1 感官要求

3.2 理化指标

萃取物、浓缩物和油悬物的理化指标应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

(C) 左(B)(1)								
项目		指标			检验方法			
		萃取物	浓缩物	油悬物	(型型刀)			
番茄红素含量,% (W/W)		≥10.0	符合声称		附录 A			
铅(Pb), mg/kg	\leq	1.0			GB 5009.12			
总砷(以As计), mg/kg	\leq	1.0			GB 5009.11			

残留溶剂[1]	正己烷,mg/kg	\leq	25.0	《中华人民共和国药典》 - (2020版)四部 0861 残 留溶剂测定法
	乙酸乙酯,mg/kg	\leq	50.0	

注: [1]超临界流体萃取的产品除外。

附录 A (规范性附录) 番茄红素含量的测定

A. 1 一般规定

本方法所用的试剂和水,在没有其它注明时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的一级水。

- A. 2 参比样品纯度校准(UV-VIS法)
- A. 2. 1 试剂和材料
- A. 2. 1. 1 二氯甲烷[1]。
- A. 2. 1. 2 石油醚: 沸程: 60-90°C。
- A. 2. 1. 3 番茄红素参比样品,纯度为≥90%(W/W,UV-VIS)。

注: [1]推荐用含 0.05% (W/V) 2,6-二叔丁基对甲酚 (BHT) 的二氯甲烷。

- A. 2. 2 仪器设备
- A. 2. 2. 1 天平: 精确至 0.1mg 或 0.01mg。
- A. 2. 2. 2 超声波水槽: 功率 90W 及以上。
- A. 2. 2. 3 冰箱: 温度-20℃及以下。
- A. 2. 2. 4 紫外-可见光分光光度计: 扫描范围: 190-700nm。
- A. 2. 3 测定步骤
- A. 2. 3. 1 参比样品溶液的制备
- A. 2. 3. 1. 1 参比样品储备液的配制

准确称取参比样品约 5mg(精确至 1.00mg 或 1.00mg),置于 50mL 棕色容量瓶中。加入 1-5mL 二氯甲烷完全溶解参比样品,可超声 15-30 秒促进溶解。加入石油醚定容,混匀,制成储备液。储备液可在-20°C下避光保存 24 小时。

A. 2. 3. 1. 2 参比样品比色液的配制

准确量取 0.5mL 储备液(A.2.3.1.1)于 25mL 棕色容量瓶中,加入石油醚定容,混匀,制成比色液。

A. 2. 3. 2 参比样品番茄红素含量的测定

使用光程为 1cm 的比色杯,以石油醚为对照,在最大吸收波长(λ_{max} =472nm)下测定比色液(A.2.3.1.2)的吸光值。

比色液的吸光值应控制在 0.3-0.7 之间, 否则应调整比色液的浓度, 重新测定其吸光值。

A. 2. 4 结果计算

按式(A.1)计算参比样品中番茄红素的含量:

$$C_{RS} = \frac{A \times V \times Y}{A_{1cm}^{1\%} \times M_{RS}}.$$
 (A.1)

:中:

 C_{RS} —一参比样品中番茄红素的含量(%, W/W):

A——在溶液最大吸收波长 (λ_{max}) 下的吸光值;

V——比色液的初始定容体积(mL),在此为50mL;

Y---稀释倍数;

 $A_{lcm}^{1\%}$ ——吸光系数。定义为: 在 lcm 光程的比色杯中 1%(W/V)浓度溶质的理论吸收值。在石油醚中,番茄红素在 λ_{max} 处的 $A_{lcm}^{1\%}$ =3450;

 M_{RS} ——参比样品质量(g)。

A. 3 样品中番茄红素含量的测定(C18-HPLC法)

- A. 3. 1 试剂和材料
- A. 3. 1. 1 二氯甲烷^[1]。
- A. 3. 1. 2 乙腈: 色谱纯。
- A. 3. 1. 3 乙酸乙酯: 色谱纯。
- A. 3. 1. 4 水。

注: [1]推荐用含 0.05% (W/V) 2,6-二叔丁基对甲酚 (BHT) 的二氯甲烷。

A. 3. 2 仪器设备

- A. 3. 2. 1 天平: 精确至 0.1mg 或 0.01mg。
- A. 3. 2. 2 超声波水槽: 功率≥90W。
- A. 3. 2. 3 冰箱: 温度-20℃及以下。
- A. 3. 2. 4 高效液相色谱仪:配备二元梯度洗脱系统,配备紫外检测器或二极管阵列检测器(PDA)。

A. 3. 3 试验步骤

A. 3. 3. 1 参考色谱条件

色谱柱: C18不锈钢柱 (250 mm×4.6 mm,5 μ m) 或其它等效的色谱柱。流动相A: 乙腈-水 (9:1, V/V); 流动相B: 乙酸乙酯。线性梯度洗脱条件: 在25min内,流动相B从0%增至100%。流速: 1.0mL/min。 二极管阵列检测器波长范围: 260-600nm。 色谱图检测波长: 472nm。进样量: 10μ L。柱温: 25° C。

A. 3. 3. 2 标准曲线的制备

准确量取一定量(通常为 1-1.5mL)的储备液(A.2.3.1.1)至 10mL 棕色容量瓶中,加入二氯甲烷定容,混匀。使其中经纯度校准后(A.2)的番茄红素含量为 10.00μ g/mL。然后逐级对半稀释,制成浓度分别为 0.078μ g/mL、 0.156μ g/mL、 0.312μ g/mL、 0.625μ g/mL、 1.25μ g/mL、 2.50μ g/mL、 5.00μ g/mL的系列标准工作液,供高效液相色谱分析,现用现配。以峰面积为纵坐标、浓度为横坐标,制作番茄红素浓度一峰面积标准曲线。

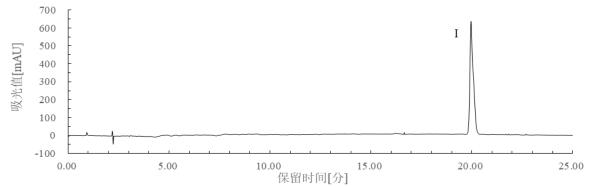
A. 3. 3. 3 样品溶液的制备

准确称取样品 0.2-0.5g(精确至 0.1mg 或 0.01mg)于 25mL 棕色容量瓶中^[1]。加入 1-5mL 二氯甲烷,超声溶解 3 次,每次 15 秒。待样品完全溶解后,加入二氯甲烷定容,混匀。准确量取 0.2mL 定容液于 25mL 棕色容量瓶中,加入二氯甲烷定容,混匀,制成样品溶液。供高效液相色谱分析。注: ^[1]样品包括萃取物、浓缩物和油悬物。当样品状态为晶体或粉末时,混合均匀后取样。当样品状态为膏状或油悬浮物时,需在水浴中加热至 50°C,经过充分搅动,使其流动性增加,并混合均匀后取样。

A. 3. 3. 4 样品中番茄红素的测定

A. 3. 3. 4. 1 样品中番茄红素组分的定性

按 A.3.3.1 所述色谱条件,对样品进行色谱分析。图 A.1 为番茄红素参比样品的 C18-HPLC 色谱图。图 A.2 为组分 I 的紫外-可见光光谱图(采集自 PDA)。比较样品组分 I 与参比样品组分 I 的保留时间和光谱特征(例如: λ_{max} 等),二者一致时,可鉴定样品色谱图上的组分 I 为番茄红素。



图A. 1 番茄红素参比样品的C18-HPLC色谱图。色谱条件:按A. 4. 3. 1。组分鉴定:组分I=番茄红素。

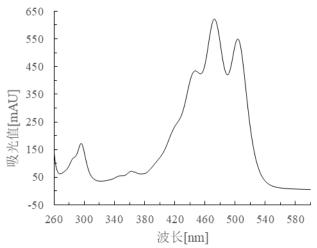


图 A. 2 组分 I 的紫外-可见光光谱图。溶剂: C18-HPLC 流动相。 λ max=472nm。

A. 3. 3. 4. 2 样品中番茄红素的定量

在色谱图上积分计算番茄红素组分的峰面积。以试样中番茄红素组分峰面积与标准曲线比较定量。

A. 3. 4 结果计算

按式(A.2)计算样品中番茄红素的含量。

$$C_S = \frac{c_{SC} \times V \times Y}{M_S \times 10^4}...$$
 (A.2)

式中:

 C_S ——样品中番茄红素的含量 (%, W/W);

 C_{SC} ——从标准曲线查得的试样中番茄红素浓度的数值(μ g/mL);

V——样品液的初始定容体积(mL);

Y——稀释倍数;

Ms——样品质量(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,每个样品进样 6 次或以上,要求 RSD \leqslant 3.00%(n \geqslant 6)。