

ICS 71.080.10

X 14

中国食品添加剂和配料协会团体标准

T/CFAA 0006—2022

植物角鲨烯

Vegetable squalene

2022年10月10日发布

2022年10月10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：宜春大海龟生命科学有限公司、福建福途金生物科技有限公司、河南工业大学、江西省检验检测认证总院食品检验检测研究院、南昌大学、浙江大学、南京诺齐生物科技有限公司、广州醇硒生物科技有限公司、杭州发光谷品牌管理有限公司、中国食品发酵工业研究院有限公司。

本文件主要起草人：孙海辉、谢福发、刘钟栋、代志凯、张良、邓泽元、陆柏益、魏国华、吕东海、黄锦、舒丽萍、刘捷、马立田、徐晨。

植物角鲨烯

1 范围

本文件规定了植物角鲨烯的分子式、相对分子质量、结构式、要求、试验方法、检验规则。

本文件适用于以大豆油、菜籽油、葵花籽油、山茶油、米糠油、栀子油等食用植物油精炼过程中的脱臭工艺馏出物为原料，经提取、分离得到的可用于食品的植物角鲨烯。

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 食品安全国家标准 食品中水分的测定
- GB 5009.4 食品安全国家标准 食品中灰分的测定
- GB 5009.74 食品安全国家标准 食品添加剂中重金属限量试验
- GB 5009.227 食品安全国家标准 食品中过氧化值的测定
- GB/T 5532 动植物油脂 碘值的测定
- GB/T 5534 动植物油脂 皂化值的测定
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 分子式、相对分子质量、结构式

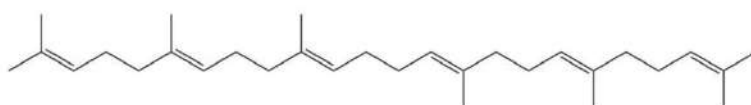
3.1 分子式

$C_{30}H_{50}$

3.2 相对分子质量

410.73（按2018年国际相对原子质量）

3.3 结构式



4 要求

4.1 感官要求

应符合表1的规定。

表 1 感官要求

项 目	要 求
色 泽	具有产品应有的色泽
状 态	油状液体
气 味	油脂特有的微弱气味
杂 质	无正常视力可见异物

4.2 理化要求

应符合表2的规定。

表 2 理化要求

项 目	要 求
角鲨烯含量/%	≥ 70
碘值/(g/100g)	≥ 280
酸度/mL	≤ 1.0
过氧化值/(g/100g)	≤ 5.0
皂化值(以 KOH 计)/(mg/g)	≤ 10.0
水分/(g/100g)	≤ 0.5
灰分/(g/100g)	≤ 0.5
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤ 10

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、干燥的烧杯中,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 鉴别试验

在角鲨烯含量测定试验中,样品溶液色谱图的主峰保留时间应和标准溶液色谱图的主峰保留时间相一致。

5.4 角鲨烯含量

5.4.1 内标法（仲裁法）

5.4.1.1 原理

样品经正己烷制备的内标溶液溶解，采用气相色谱内标法定量，用校正因子计算其含量。

5.4.1.2 试剂和溶液

5.4.1.2.1 正己烷：色谱纯。

5.4.1.2.2 角鲨烯标准品：纯度 $\geq 98.0\%$ 。

5.4.1.2.3 内标溶液：称取内标物十六酸十六酯 2 g（精确至 0.0001 g），加入正己烷搅拌溶解，定容至 1000 mL，即得（室温下保存一个月有效）。

5.4.1.3 仪器和设备

5.4.1.3.1 气相色谱仪：配备氢火焰离子化检测器（FID）。

5.4.1.3.2 超声波水浴。

5.4.1.3.3 分析天平：精确至 0.1 mg。

5.4.1.4 参考色谱条件

5.4.1.4.1 色谱柱：毛细管柱（ $\varphi 0.25\text{ mm} \times 30\text{ m}$ ），填料为 100%二甲基聚硅氧烷，厚度为 0.32 μm ，或同等性能的色谱柱。

5.4.1.4.2 柱温：260 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.4.1.4.3 进样口温度：310 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.4.1.4.4 检测器温度：310 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.4.1.4.5 载气：氮气。

5.4.1.4.6 载气流速：50 mL/min。

5.4.1.4.7 柱流量：1.70 mL/min。

5.4.1.4.8 空气：300 mL/min。

5.4.1.4.9 分流比 1:20。

5.4.1.4.10 进样量：1 μL 。

5.4.1.5 分析步骤

5.4.1.5.1 标准溶液的制备

称取角鲨烯标准品约 0.05 g（精确至 0.0001 g）于 25 mL 容量瓶中，加入内标溶液定容至刻度，震荡摇匀后在超声波水浴中超声溶解，冷却后待用（室温保存两天有效）。

5.4.1.5.2 样品溶液的制备

称取样品约0.1 g（精确至0.0001 g）于25 mL容量瓶中，加入内标溶液定容至刻度，震荡摇匀后在超声波水浴中超声溶解，冷却后待用（室温保存两天有效）。

5.4.1.5.3 测定

在5.4.1.4参考色谱条件下，分别对标准溶液和样品溶液进行色谱分析。参考色谱图见附录A。

5.4.1.6 结果计算

5.4.1.6.1 校准因子 f_i

校准因子 f_i 按式（A.1）计算：

$$f_i = \frac{m_s \times w_s \times A_{s0}}{m_{s0} \times A_s} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

f_i ——校正因子；

m_s ——角鲨烯标准品的质量，单位为克（g）；

w_s ——角鲨烯标准品的纯度，%；

A_{s0} ——标准溶液色谱图中内标物的峰面积；

m_{s0} ——标准溶液中内标物的质量，单位为克（g）；

A_s ——标准溶液色谱图中角鲨烯的峰面积。

5.4.1.6.2 样品中的角鲨烯含量

样品中的角鲨烯含量 w_i 按式（A.2）计算：

$$w_i = f_i \times \frac{A_i \times m_{i0}}{A_{i0} \times m_i} \times 100 \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

w_i ——样品中的角鲨烯含量，%。

f_i ——校准因子；

A_i ——样品溶液色谱图中角鲨烯的峰面积；

m_{i0} ——样品溶液中内标物的质量，单位为克（g）；

A_{i0} ——样品溶液色谱图中内标物的峰面积；

m_i ——样品的质量，单位为克（g）。

5.4.1.7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值应不大于其算术平均值的2.5%。

5.4.2 峰面积归一化法

5.4.2.1 原理

样品经正己烷溶解，采用气相色谱峰面积归一化法定量。

5.4.2.2 试剂和溶液

5.4.2.2.1 正己烷：色谱纯。

5.4.2.2.2 角鲨烯标准品：纯度 $\geq 98.0\%$ 。

5.4.2.3 仪器和设备

同5.4.1.3。

5.4.2.4 参考色谱条件

同5.4.1.4。

5.4.2.5 分析步骤

5.4.2.5.1 标准溶液的制备

称取角鲨烯标准品约0.05 g（精确至0.0001 g）于25 mL容量瓶中，加入正己烷定容至刻度，震荡摇匀后在超声波水浴中超声溶解，冷却后待用（室温保存两天有效）。

5.4.2.5.2 样品溶液的制备

称取样品约0.1 g（精确至0.0001 g）于25 mL容量瓶中，加入正己烷定容至刻度，震荡摇匀后在超声波水浴中超声溶解，冷却后待用（室温保存两天有效）。

5.4.2.5.3 测定

在5.4.2.4参考色谱条件下，分别对标准溶液和样品溶液进行色谱分析。参考色谱图见附录B。

5.4.2.6 结果计算

5.4.2.6.1 样品中的角鲨烯含量

样品中的角鲨烯含量 w_i 按式（A.3）计算：

$$w_i = \frac{A_i}{\sum A_i} \times 100 \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

w_i ——样品中的角鲨烯含量，%。

A_i ——样品溶液色谱图中角鲨烯的峰面积；

$\sum A_i$ ——样品溶液色谱图中所有成分的峰面积。

5.4.2.7 精密度

同5.4.1.7。

5.5 碘值

按GB/T 5532规定的方法测定。

5.6 酸度

5.6.1 试剂和溶液

5.6.1.1 无水乙醇。

5.6.1.2 乙醚。

5.6.1.3 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$ 。

5.6.1.4 酚酞指示液：10 g/L。

5.6.2 分析步骤

量取无水乙醇和乙醚各15 mL，置于锥形瓶中，加酚酞指示液0.5 mL，滴加氢氧化钠标准滴定溶液至微粉色。称取样品1.0 g加入锥形瓶使其溶解，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色，保持30 s不褪色，记录加样品后消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积。

5.7 过氧化值

按GB 5009.227规定的方法测定。

5.8 皂化值

按GB/T 5534规定的方法测定。

5.9 水分

按GB 5009.3中“卡尔·费休法”测定。

5.10 灰分

按GB 5009.4规定的方法测定。

5.11 重金属（以Pb计）

按GB 5009.74规定的方法测定。

6 检验规则

6.1 组批

同原料、同配方、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

6.2.1 产品按GB/T 6678中规定抽取两份样品，所取每份样品不少于100 g。

6.2.2 将抽取的样品置于两个洁净、干燥的容器中，密封，注明产品名称、批号、取样时间、取样人姓名等，一份供检测用，一份封存备查。

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 出厂检验项目：第4章全部要求项目。

6.4 型式检验

6.4.1 检验项目为本文件要求中规定的全部项目。

6.4.2 一般情况下，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 检验项目如有一项至两项指标不符合要求，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。

附录 A
(资料性)
内标法测定角鲨烯含量的色谱图

内标法测定标准溶液的参考色谱图见图A.1。

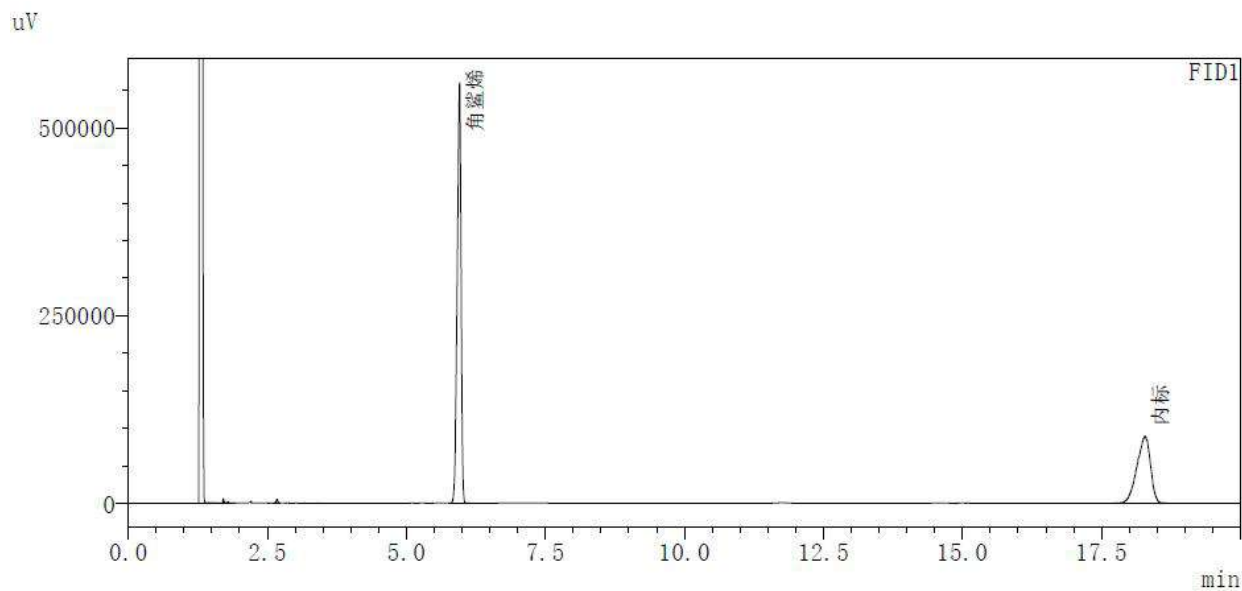


图 A.1 内标法测定标准溶液的色谱图

内标法测定样品溶液的参考色谱图见图A.2。

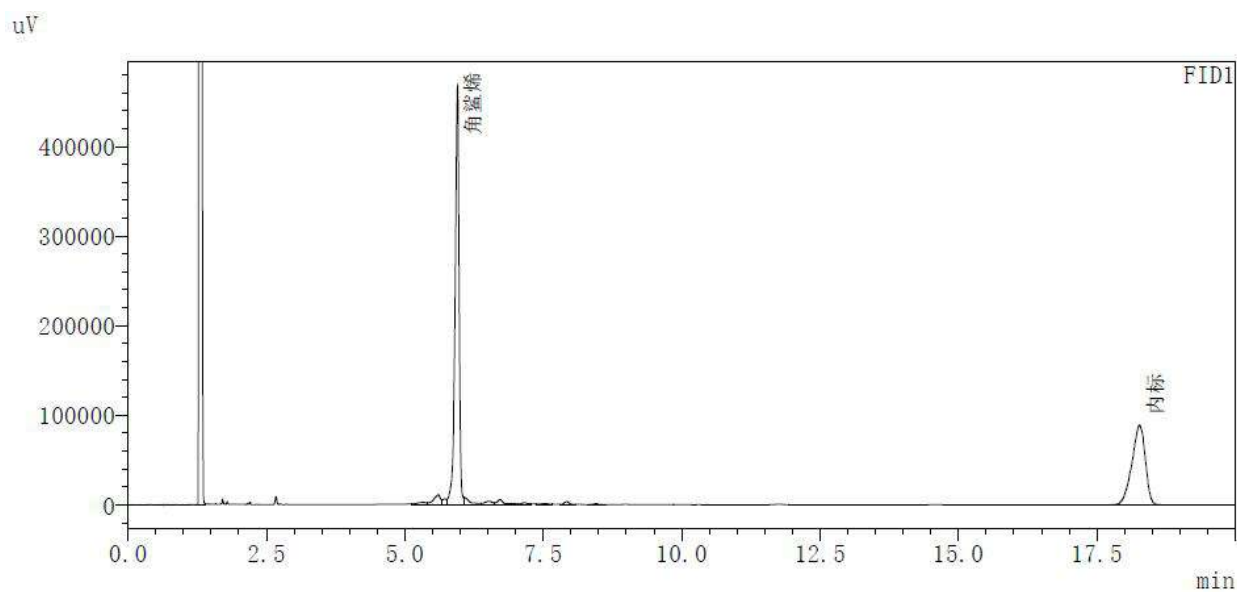


图 A.2 内标法测定样品溶液的色谱图

附录 B

(资料性)

峰面积归一化法测定角鲨烯含量的色谱图

峰面积归一化法测定标准溶液的参考色谱图见图B.1。

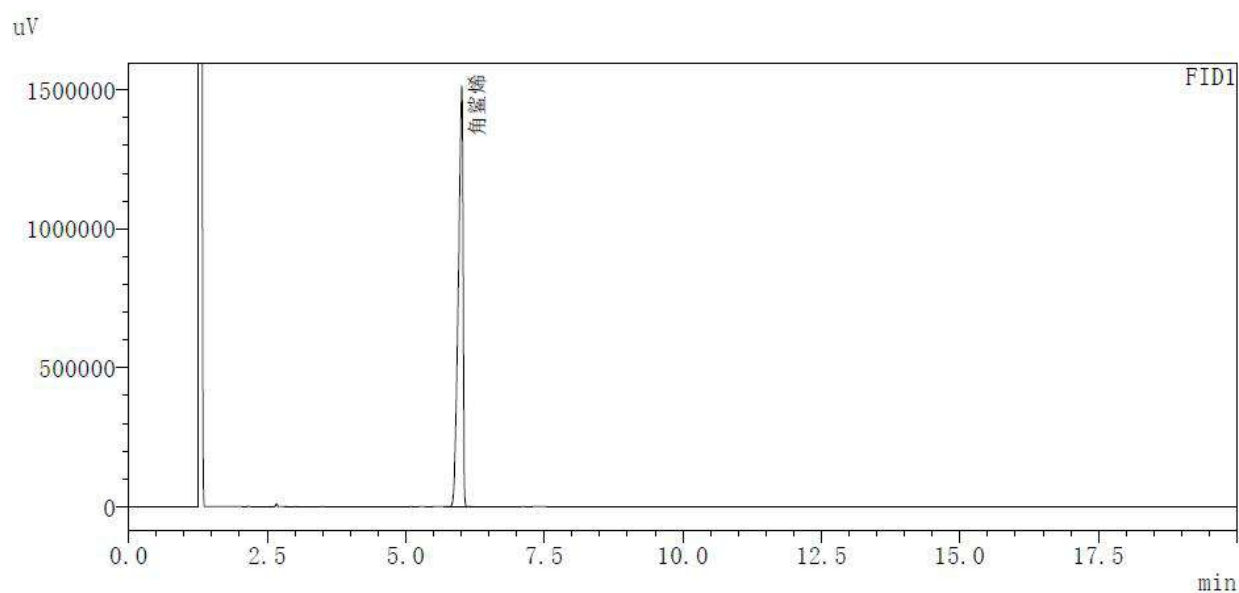


图 B.1 峰面积归一化法测定标准溶液的色谱图

峰面积归一化法测定样品溶液的参考色谱图见图B.2。

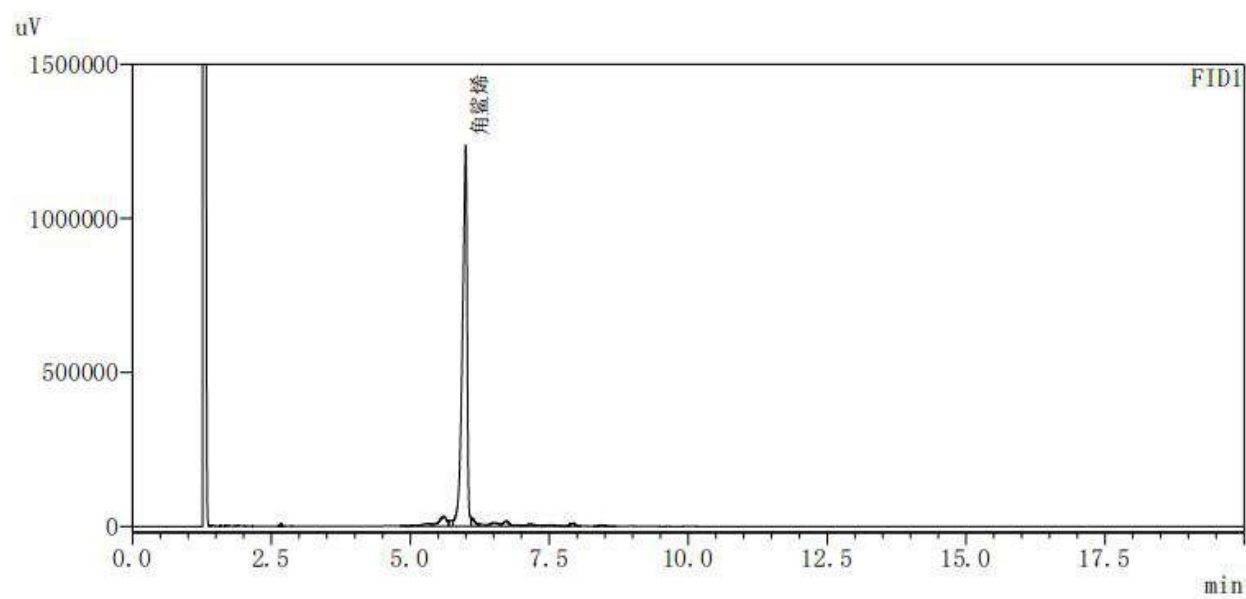


图 B.2 峰面积归一化法测定样品溶液的色谱图