

中华人民共和国国家标准

食 品 添 加 剂

桉叶素含量80%的桉叶油

GB 10351—89

Food additive
Oil of eucalyptus, 80% cineole content

本标准参照采用国际标准 ISO 3065《澳大利亚桉叶油 桉叶素含量80~85%》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了桉叶素含量80%的桉叶油的技术要求、试验方法和检验规则等内容。

本标准适用于对以蓝桉(*Eucalyptus globulus* Labillardiere)油和其他精油为原料提制的上述桉叶油的质量进行分析评估。

2 引用标准

GB 190 危险货物包装标志
GB 602 化学试剂 杂质标准溶液制备方法
GB 603 化学试剂 制剂及制品制备方法
QB 793 香料统一检验方法 标准溶液制备方法
QB 794 香料统一检验方法 色泽检定法
QB 795 香料统一检验方法 香气检定法
QB 811 香料统一检验方法 桉叶素测定法
QB 974 精油 相对密度的测定
QB 975 精油 旋光度的测定
QB 976 精油 折光指数的测定
QB 977 精油 乙醇中溶混度的评估
ZB Y 41001 精油 填充柱气相色谱分析 通用法

3 定义

桉叶素含量80%的桉叶油:用水蒸气蒸馏法从中国的蓝桉或含桉叶素的某些樟树品种的叶、枝中提取的精油,再经精馏加工制得,桉叶素含量最小为80%(以下简称80%桉叶油)。

4 产品分类

80%桉叶油按原料来源分两种规格:

- a. 蓝桉油为原料;
- b. 其他精油为原料。

5 技术要求

中华人民共和国轻工业部1989-02-22批准

1989-09-01实施

名 称	指 标	
	蓝桉油为原料	其他精油为原料
色 状	无色至微黄色液体,色泽不超过标准比色液3号色标	
香 气	似桉叶素的特征香气	具有1,8-桉叶素的特征香气
相对密度(20/20℃)	0.909~0.919	0.904~0.925
折光指数(20℃)	1.458 0~1.465 0	1.458 0~1.470 0
旋光度(20℃)	0~+5°	-10°~+10°
溶混度(20℃)	全溶于5倍体积70%(V/V)乙醇中	
桉叶素含量,%(m/m)	80.0~85.0	
黄樟素含量,%	无	大于0.002
砷(As)含量,%	最大0.000 3	
重金属含量(以Pb计),%	最大0.001	

6 试验方法

除特别注明外,试验中所用试剂为分析纯试剂;水为蒸馏水或相当纯度的水。

6.1 色状的检定

见 QB 794.标准比色液用重铬酸钾配制。

6.2 香气的检定

见 QB 795。

6.3 相对密度的测定(20/20℃)

见 QB 974。

6.4 折光指数的测定(20℃)

见 QB 976。

6.5 旋光度的测定(20℃)

见 QB 975。

6.6 溶混度的测定(20℃)

见 QB 977。

6.7 桉叶素含量的测定

见 QB 811。

注:桉叶素含量气相色谱测定法参考本标准附录 A(参考件)。

6.8 黄樟素含量的测定

80%桉叶油中黄樟素是以在下述色谱条件下保留值定性。

6.8.1 色谱仪和色谱柱

a. 色谱仪:附有记录仪和微处理机。见 ZB Y41 001。

b. 柱

填充柱:长2 m,内径3 mm。

固定相:SE30,5%,涂于 Chromosorb W 80~100目上;

c. 检测器:氢火焰离子化检测器。

6.8.2 试剂和标准溶液(含黄樟素0.002%)的配制

a. 试剂

苯:分析纯,在试验条件下色谱测定纯度至少为99%;

黄樟素:在试验条件下色谱测定纯度至少为99%;

b. 标准溶液(含黄樟素0.002%)的配制

精确称取黄樟素1.000 0g($\pm 0.000 2$ g)于500 mL容量瓶中,用苯稀释至刻度,摇匀。精确吸取1.0 mL于100 mL容量瓶中,用苯稀释至刻度,摇匀。

6.8.3 操作条件

a. 温度

色谱炉:135℃;

进样口:200℃;

检测器:200℃;

b. 流速

载气(氮),15 mL/min;

c. 柱效能的测定

化学惰性试验:见 ZB Y41 001中第8.1条指定的方法进行试验,应符合要求;

柱效:见 ZB Y41 001中“第8.2条”指定方法测定,应符合要求;

d. 测定方法

将标准溶液(6.8.2)与试样分别进样测试,进样量要相同,比较二张色谱图上黄樟素峰面积的大小。

试样色谱图上黄樟素峰的面积应小于标准溶液(6.8.2)色谱图上黄樟素峰的面积(见附录B(参考件))。

6.9 砷(As)含量的测定

6.9.1 仪器装置

按《中华人民共和国药典》1985年版“砷盐检查法”仪器装置图。

6.9.2 试剂和溶液

6.9.2.1 盐酸(GB 622):1:1溶液。

6.9.2.2 氧化镁(HG 3—1294)。

6.9.2.3 硝酸镁(HG 3—1077):10%溶液。

6.9.2.4 碘化钾(GB 1272):15%溶液。

6.9.2.5 氯化亚锡(GB 638):40%溶液,按 GB 603配制。

6.9.2.6 无砷金属锌(GB 2304)。

6.9.2.7 乙酸铅棉花

按 GB 603制备。

6.9.2.8 溴化汞试纸

按 GB 603制备。

6.9.2.9 砷标准溶液(1 mL含0.001 mg 砷)

按 GB 602配制后稀释100倍。

6.9.3 操作程序

称取1 g试样(准确至0.1 g),置于50 mL瓷蒸发皿中,加入1 g氧化镁及5 mL硝酸镁溶液(同时同量

的氧化镁及硝酸镁溶液作空白试验)。在水浴上蒸干并使试样挥发完全后,用小火加热炭化,再于500℃以下灼烧至灰化完全。冷却,加少量水,再加盐酸溶液中和并溶解残渣,加水至总体积为23 mL。移入锥形瓶中,加5 mL 盐酸、5 mL 碘化钾溶液及5滴氯化亚锡溶液;在室温下静置10 min后加2 g 无砷金属锌,立即将已装好的乙酸铅棉花及溴化汞试纸的玻璃管装上,于25~30℃暗处放置1 h,溴化汞试纸所呈颜色不得深于标准。

标准是3 mL 砷标准溶液,与试样同时同样处理。

6.10 重金属含量(以Pb计)的测定

6.10.1 试剂和溶液

6.10.1.1 氨水(GB 631);1:3溶液。

6.10.1.2 冰乙酸(GB 676);30%溶液。

6.10.1.3 酚酞(HGB 3039);1%乙醇溶液。

6.10.1.4 饱和硫化氢水:按GB 603配制,现用现配。

6.10.1.5 铅标准溶液(1 mL含0.01 mg 铅):按GB 602配制后稀释10倍。

6.10.2 操作程序

称取2 g 试样(准确至0.1 g),置于50 mL 瓷蒸发皿中,于沸水浴上加热挥发完全,先用小火炭化,然后于550℃灰化。冷却,加0.5 mL 乙酸溶液,溶解后加20 mL 水(必要时过滤),置于50 mL 纳氏比色管中,加一滴酚酞溶液,用氨溶液调至淡红色。加0.5 mL 乙酸溶液,加水至25 mL,加入10 mL 饱和硫化氢水,摇匀,在暗处放置10 min,其颜色不得深于标准。

标准是取2 mL 铅标准溶液,加0.5 mL 乙酸溶液,加水至25 mL,加入10 mL 饱和硫化氢水,摇匀,于暗处放置10 min。

7 检验规则

7.1 80%桉叶油应由生产厂技术检验部门负责进行检验。生产厂应保证出厂产品都符合本标准要求。每批出厂产品都应附有质量合格证书。内容包括:生产厂名、产品名称、商标、生产日期、批号、数量、质量符合本标准的证明和本标准编号。

7.2 验收单位有权按本标准规定的技术要求、试验方法和检验规则进行验收。每一批号作一次验收,不同批号分别验收。

7.3 取样方法:每批包装单位100个以下抽取两个,100个以上抽取三个。开启包装后先检查水分和杂质,然后摇匀,用玻璃取样管吸取50~100 mL,注入混样器混匀,分别装入两个清洁干燥具磨砂塞的玻璃瓶中。瓶上注明:生产厂名、产品名称、批号、生产日期、数量及取样日期。一瓶作检验用,另一瓶留存备查。

7.4 如果验收结果中有一项指标不符合本标准要求时,可会同生产厂重新自两倍的包装中抽取试样复验。复验结果,如仍有指标不合格,则该批产品不能验收。

7.5 当供需双方对产品质量发生异议时,可由双方协商解决或邀请第三者仲裁。费用由责任方负责。

8 标志、包装、运输、贮存

8.1 80%桉叶油装于镀锌铁桶内,桶外注明:食品添加剂产品名称、生产厂名、批号、净重、皮重、出厂日期、本标准编号及易燃物品标志(见GB 190)。产品包装每桶净重180 kg。订货单位如有特殊要求,可与生产厂另订协议。

8.2 80%桉叶油应贮存在阴凉、干燥的仓库内,远离火源,本品闪点为50℃。

8.3 在符合规定的贮运条件、包装完整、未经启封的情况下,保质期为半年。

附录 A

1,8-桉叶素含量的测定 气相色谱内标法

(参考件)

A1 试剂和化学产品

A1.1 参比物质

1,8-桉叶素:在试验条件下色谱测定纯度至少为99%。

A1.2 内标

环己酮:在试验条件下色谱测定纯度至少为99%。

A1.3 乙醚

分析纯。

A2 仪器

A2.1 色谱仪、记录仪和微处理机

按 ZB Y 41 001 中“第5章”的规定。

A2.2 柱

填充柱:长4 m,内径3~4 mm。

固定相:Carbowax 20M,10%。涂于 Chromoso W AW DMCS 60~80目上。

A2.3 检测器

氢火焰离子化检测器。

A3 操作条件

A3.1 温度

色谱炉:线性程序升温从70℃至175℃,速率2℃/min。

进样口:200℃。

检测器:200℃。

A3.2 流速

载气流速:氮气,20 mL/min。

A4 柱效能的测定

A4.1 化学惰性试验

按 ZB Y 41 001 中第8.1条指定方法进行试验,应符合要求。

A4.2 柱效

按 ZB Y 41 001 中第8.2条指定方法测定柱效,应符合要求。

A5 测定方法

用内标法:按 ZB Y 41 001 中第10.2条指定方法测定桉叶油中1,8-桉叶素含量。

测定响应因子:按 ZB Y 41 001 中第10.2.1条指定方法测定响应因子。用1,8-桉叶素作参比物质,环己酮作内标,乙醚作溶剂。

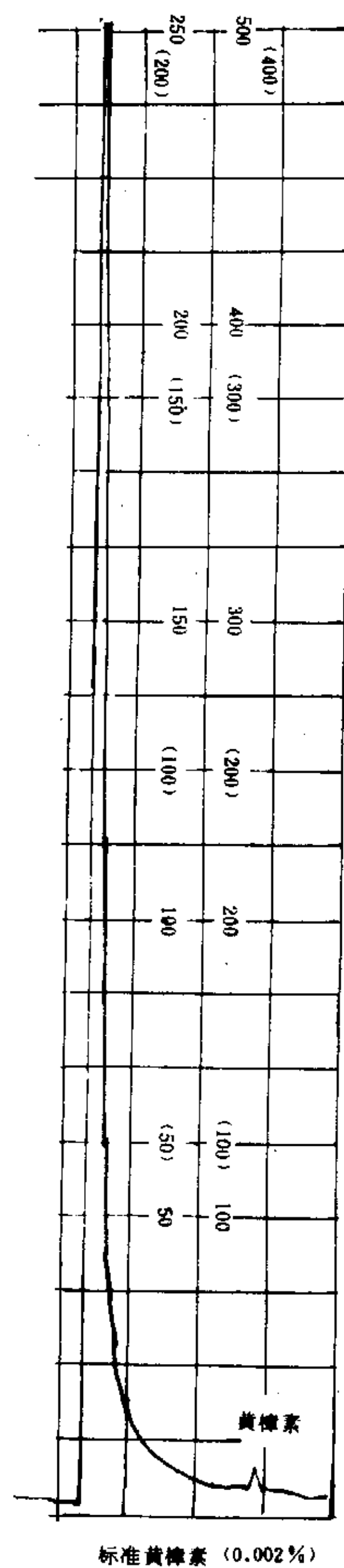
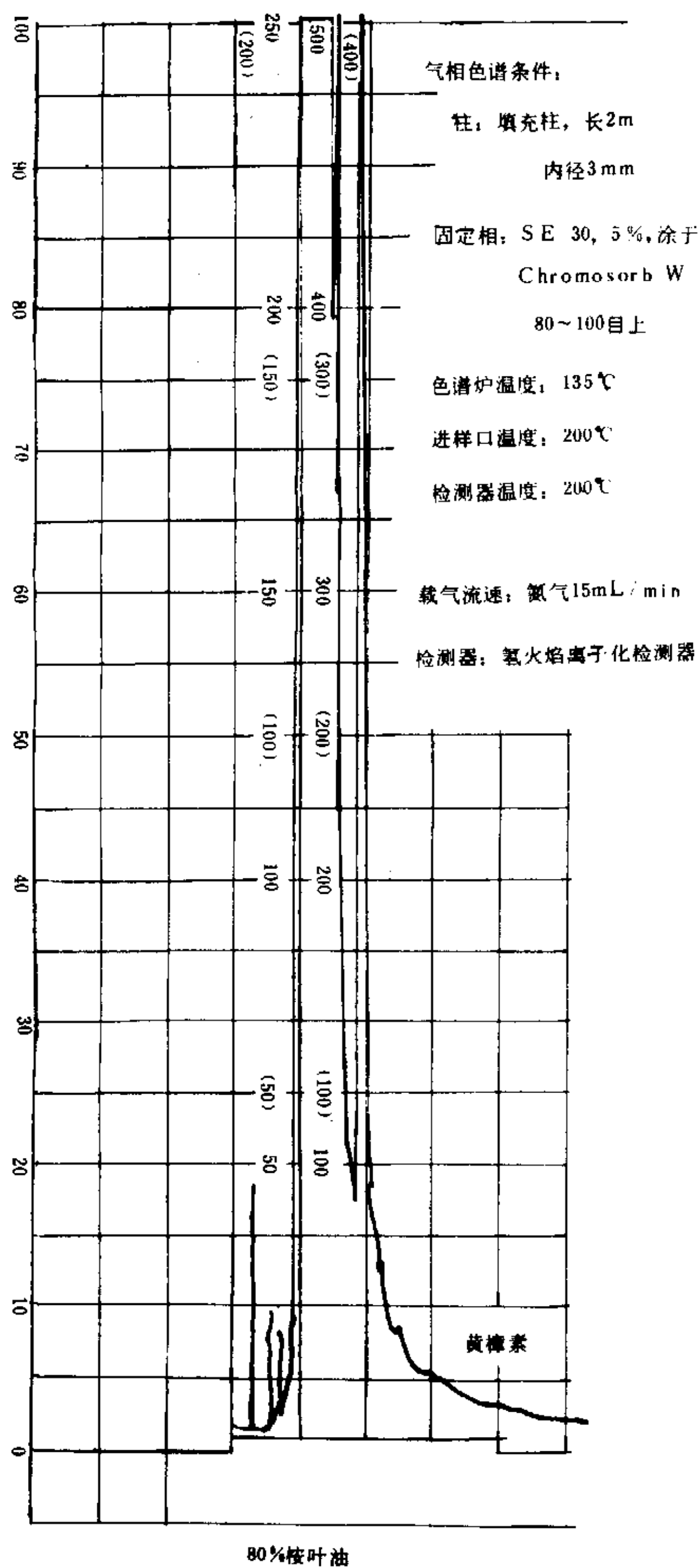
A6 重复性及结果表示

按 ZB Y 41 001 中第11.4条规定进行。

附录 B

80%桉叶油中黄樟素和标准黄樟素气相色谱图

(参考件)



附加说明：

本标准由轻工业部香料工业科学研究所、卫生部食品卫生监督检验所归口。

本标准由上海嘉福香料厂和上海市食品卫生监督检验所、轻工业部香料工业科学研究所三个单位负责起草。