

GB10783-1996 辣椒碱测定方法的研究及改进

王辉¹, 李沐生², 王超², 尹林清²

(1. 广州仲恺农业技术学院, 广东 广州 510225) (2. 华南理工大学轻工与食品学院, 广东 广州 510641)

摘要: 对 GB10783-1996 中辣椒碱含量的测定方法及辣椒碱的稳定性等特性进行了研究。分析了振荡、pH 值、加热温度及时间对测定的影响。在一定范围内, 振荡时间对辣椒碱含量测定的影响不大, 一般性样品, 包括油脂状辣椒精, 采取手动振荡 2~3 min 即可达到良好的萃取效果。在配置完辣椒碱含量测定的溶液后, 1 号(加酸样品)及 2 号(加碱样品)即使在常温下放置 1 d, 其辣椒碱含量相当稳定; pH 值对于测定的影响很大。样品 pH 4~12 国标可测定; 待测液吸光度在 pH 值 < 3.5 及 pH 值 > 12.5 均无很大的变化, 而在 pH 值为 3.5~12.5 的范围内, 吸光度几乎呈线性变化。因此, 为了得到可靠的辣椒碱测定值, 须满足以下条件: 将样品液调至 pH 4~12。

关键词: 辣椒碱; 测定; pH 值

中图分类号: TS202.3; **文献标识码:** A; **文章编号:** 1673-9078(2007)10-0090-03

Research and Improvement of National Method GB10783-1996 for the Determination of Capsaicine

WANG Hui¹, LI Bian-sheng², WANG Chao², YIN Lin-qing²

(1. ZhongKai University of Agriculture and Technology, Guangzhou 510225, China) (2. College of Light Industry and Food Science, South China University of Technology, Guangzhou 510641, China)

Abstract: Determination of Capsaicine using GB10783-1996 and the stability of capsaicine were studied. Effects of shaking time, pH value, temperature and heating time on were analyzed. Results showed that the shaking time had little effect on capsaicine contents in the samples, while pH value greatly effected the capsaicine contents, which were determined with the scope of pH value from 4 to 12 and linearly changed when the pH value was within 3.5~12.5. Besides, the samples can be stored under room temperature for one day.

Key words: capsaicine; determination; pH value

测定方法对实验的结果的可靠性以及结论的分析有着十分重要的意义。辣椒红色素测定国家标准 GB10783-1996 中辣椒碱测定方法采用紫外分光光度计进行测定, 但 GB10783-1996 中辣椒碱的测定方法是针对辣椒红色素产品中的辣椒碱(辣椒碱的含量 < 0.5% 的, 而对于其它样品, 在实际的测定中根据此方法进行辣椒碱含量分析时所测定出的吸光度值和辣椒碱的含量很不稳定。因此, 本文对此测定方法进行一系列的研究。

1 材料与设备

1.1 原材料

6.6% 油性辣椒精(广州五味源调味品有限公司)。

1.2 主要试剂

丙酮, 甲醇, 氢氧化钠, 盐酸, 均为国产分析纯

收稿日期: 2007-03-22

试剂。

1.3 主要仪器与设备

SpectrumlabS51/52 紫外分光光度计, Spectrum lab 22 Pc 可见分光光度计, SHZ-88 台式水浴恒温振荡器, 101-1 型鼓风电热恒温干燥器, HC-TP11B-5 架盘药物天平, JYT-1 架盘药物天平, 78-1 磁力加热搅拌器, 电子分析天平, PB-10 pH 计。

2 操作方法

按照 GB10783-1996^[1]的操作方法: 取适量质量为 m 的样品于三角锥瓶中, 加入 100 mL 70% 的甲醇, 充分振荡, 静置 5 min 后过滤, 过滤时盖住漏斗, 防止蒸发。弃去少量初滤液, 其余滤液混匀后, 按表 1 要求制备试剂。

4 个瓶中的试液分别用甲醇定容至 100 mL 并摇匀, 以甲醇为参比液, 于 248 nm 测定四种溶液的吸光度 A₁、A₂、A₃、A₄, 并于 296 nm 处测定四种溶液

的吸光度 A'_1 、 A'_2 、 A'_3 、 A'_4 (使用 1 cm 石英比色皿和氙灯)。辣椒碱含量按下式计算:

表 1 试剂配制表

| | 1号瓶 | 2号瓶 | 3号瓶 | 4号瓶 |
|----------------|-------|-------|-------|-------|
| 滤液/mL | 4.00 | 4.00 | — | — |
| 蒸馏水/mL | 17.80 | 16.80 | 19.00 | 18.00 |
| 1mol/L HCl/mL | 1.00 | — | 1.00 | — |
| 1mol/L NaOH/mL | — | 2.00 | — | 2.00 |
| 吸光度 | A_1 | A_2 | A_3 | A_4 |

$$X = \frac{(A_2 - A_1) - (A_4 - A_3) \times 2500}{314m}$$

$$X_1 = \frac{(A'_2 - A'_1) - (A'_4 - A'_3) \times 2500}{127m}$$

式中: X , X_1 - 试样中辣椒碱的含量, %; m - 试样质量, g; 2500 - 试样的稀释倍数; 314, 127 - 校正系数。

3 结果与讨论

3.1 振荡对辣椒碱含量测定的影响

根据国标方法, 辣椒碱的测定中采用机械振荡 30 min 使样品中的辣椒碱充分被萃取到 70% 甲醇溶液中。但在实验操作中, 采用机械振荡 30 min 耗时长, 而且受到设备的限制。而如果对辣椒油树脂中的辣椒碱的含量进行分析, 因为辣椒碱存在于液体中, 液-液萃取比固-液萃取要容易, 因此, 设定了不同的振荡条件分析其对辣椒碱含量测定的影响, 结果如表 2:

表 2 振荡对辣椒碱含量测定的影响

| 振荡方法 | 1 | 2 | 3 | 4 |
|-----------|-------|-------|-------|-------|
| 辣椒油树脂含量/% | 6.4 | 6.41 | 6.43 | 6.42 |
| 纯品辣椒碱含量/% | 93.06 | 93.06 | 93.07 | 93.07 |

注: 1 - 摇床振荡 10 min, 速度 170 r/min, 30 °C; 2 - 摇床振荡 20 min, 速度 170 r/min, 30 °C; 3 - 摇床振荡 30 min, 速度 170 r/min, 30 °C; 4 - 手摇 3 min。

由表 2 可以看出, 由机械振荡 30 min, 减至 20 min, 10 min 乃至手摇 3 min 振荡, 所得到的辣椒碱含量测定的结果几乎没有差别。因此, 在测定时, 可以用手摇的方式取代机械振荡, 使辣椒碱充分溶解在甲醇中。

3.2 辣椒碱加酸后放置时间对吸光度的影响

加入不同质量的 6.6% 辣椒精配制不同浓度的辣椒碱溶液, 按照国标参照表 1 的剂量加入 1 mol/L 的

HCl 配制 1 号液。

由图 1 及表 3 可看出, 不同浓度的辣椒碱溶液的吸光度随着时间的增大总体呈下降趋势, 但变化不大, 且衰减率相差不大。这说明按照国标配制完毕后, 在 1 d 内只要放置相同长的时间, 测定的加酸液的吸光度是比较稳定的。

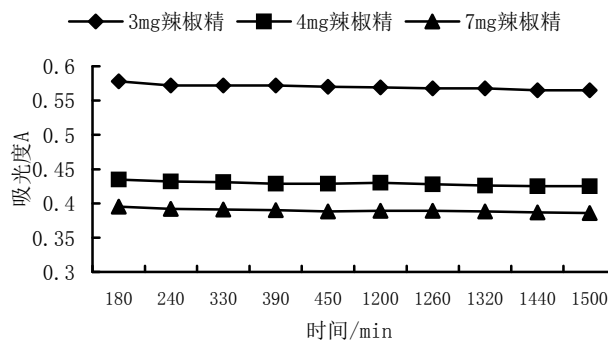


图 1 加酸条件下吸光度随时间的变化

表 3 加酸后辣椒碱的衰减率

| 组别 | 1组 | 2组 | 3组 |
|-------|-------|-------|-------|
| 初始吸光度 | 0.578 | 0.435 | 0.395 |
| 吸光度末值 | 0.565 | 0.425 | 0.386 |
| 衰减率/% | 2.25 | 2.30 | 2.28 |

3.3 辣椒碱加碱后放置时间对吸光度的影响

同样参照表 1 的剂量加入 1 mol/L 的 NaOH 配制 2 号液, 吸光度随着时间的变化值及计算衰减率结果如下。

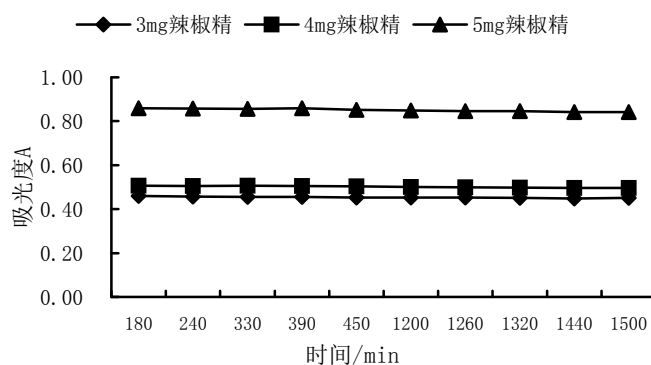


图 2 加碱条件下吸光度随时间的变化

表 4 加碱后辣椒碱的衰减率

| 组别 | 1组 | 2组 | 3组 |
|-------|-------|-------|-------|
| 初始吸光度 | 0.460 | 0.507 | 0.859 |
| 吸光度末值 | 0.451 | 0.497 | 0.842 |
| 衰减率/% | 1.96 | 1.97 | 1.98 |

图 2 与表 4 表明, 不同浓度的辣椒碱溶液的吸光度值在这种碱性条件下变化不大, 衰减率不超过 2%。而且, 几种不同浓度的溶液衰减率接近, 衰减的速度

差不多。这说明按照国标配制完毕后,在1 d内,只要放置相同长的时间,测定的加碱液的吸光度用于比较含量的大小仍是可行的。

3.4 辣椒碱样品 pH 值对测定的影响

GB10783-1996 中对辣椒碱的测定方法中没有提及所适应的样品的 pH 值范围。然而,根据测定溶液的配制方法及辣椒碱的性质, pH 值对于辣椒碱含量的测定将有一定的影响,可能导致辣椒碱测定不稳定。因此,特对此测定方法所适合的 pH 值范围进行了研究。结果如图 3。

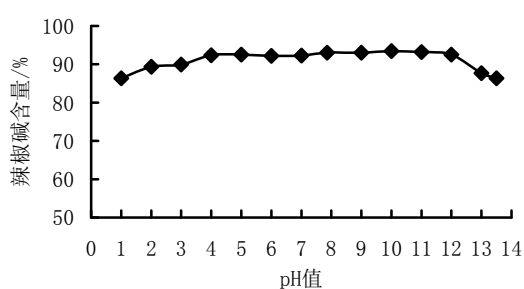


图 3 样品 pH 值对辣椒碱含量测定的影响

图 3 表明, GB10783-1996 中关于辣椒碱含量的测定方法有一定的 pH 适合范围,在 pH 4~12 内均有稳定的测定值。因此,此检测方法可以用于一般性样品的辣椒碱含量的测定。而对于 pH > 12 或 pH < 4 的样品,按照国标中的样品处理方法测出的值偏低。

3.5 待测液 pH 值与吸光度的关系

为了进一步分析 GB10783-1996 中辣椒碱测定方法中,表 1 中 1、2 号瓶待测溶液 pH 值对吸光度的影响关系,乃至对样品中辣椒碱含量测定结果的间接影响的关系,特做了有关方面的研究。

结果表明,待测液的 pH 值对吸光度的值影响很大。当待测液的 pH < 3.5 时,吸光度稳定于一个较小的值;当待测液的 pH > 12.5 时,吸光度稳定于一个较大的值,因此,这符合了我们对于辣椒碱含量测定原理的研究。同时,这对于 GB10783-1996 方法中辣椒碱的测定方法有一定的改良启示:样品的酸碱性 (pH) 会对测定值产生影响, pH < 4 的样品按国标加碱无法达到 pH > 12.5; pH > 12 的样品按国标加酸无法达到 pH < 3.5,这是导致出现图 3 结果的原因。因此对于 pH < 4 或 pH > 12 的样品,可通过调节 pH 再测定。

4 结论

本章对 GB10783-1996 中辣椒碱含量的测定方法及辣椒碱的稳定性等特性进行了研究及改良。

4.1 振荡对辣椒碱含量测定的影响不大,一般性样品,包括油脂状辣椒精,采取手动振荡 2~3 min 即可达到良好的萃取效果。

4.2 在配置完辣椒碱含量测定的溶液后,1 号(加酸样品)及 2 号(加碱样品)即使在常温下放置 1 d,其辣椒碱含量相当稳定。

4.3 pH 值对于测定的影响很大。样品 pH 4~12 国标可测定;待测液吸光度在 pH 值 < 3.5 及 pH 值 > 12.5 均无很大的变化,而在 pH 值为 3.5~12.5 的范围内,吸光度几乎呈线性变化。因此,为了得到可靠的辣椒碱测定值,须满足以下条件:将样品液调至 pH 4~12。

参考文献

[1] 中华人民共和国国家标准.食品添加剂 辣椒红 GB10783-1996

(上接第 96 页)

- [13] 四川省食品研究所.生淀粉发酵制酒精的研究技术报告[J].河南酿酒,1984,(3,4):45-51
- [14] Nobuya Matsumoto 等.生谷物原料酒精发酵的工业化[J].张柏青译.发酵译丛[J],1984,(1):53-60
- [15] 秦先魁.低脂玉米粉无蒸煮液态发酵制酒精技术初探[J].西部粮油科技,2000,(6):59-60
- [16] 张华山,余响华,李亚芳.早籼稻生料发酵生产燃料酒精的工艺比较[J].湖北农业科学,2006,(1)
- [17] 孙有波,王霞.生料液态白酒生产技术研讨[J].酿酒,2000,(4):71-74
- [18] 许育民,杨天宝,王杨,等.以大米为原料的生料酿酒工艺[J].现代商贸工业,2004,(5):46-47
- [19] 杨辉,徐可为.生料发酵法生产白酒工艺条件的优化[J].酿酒科技,2004,(4):33-34
- [20] 刘忠义,杨英顺.“双曲生料发酵”酿制高粱烧酒的研究[J].中国酿造,2004,(11):16-19
- [21] 岳春,陈传阳,黄振华.生料法在玉米黄酒中的应用[J].酿酒,2003,(6):80-82
- [22] 侯振建,王帅领.生料法酿造黄酒的初步研究[J].酿酒,2004,(2):78-79
- [23] 刘久年.中国黄酒工业发展探讨[J].食品工业,2000,(4):26-27
- [24] 谢广发.黄酒的技术现状与对策[J].酿酒,2002,(2):31-33