
中国食品土畜进出口商会团体标准

T/CFNA 6503-2022

花椒及其制品中麻味物质的含量测定

Determination of Numb-taste Substance in Prickly Ash and its
Products

2022-4-15 发布

2022-5-15 实施

中国食品土畜进出口商会发布

目 录

前言 II

花椒及其制品中麻味物质的含量测定-液相色谱法..... 1

 A.1 适用范围 1

 A.2 试剂 1

 A.3 仪器 1

 A.4 仪器参考条件 1

 A.5 实验步骤 2

 A.6 计算 3

 A.7 精密度 3

花椒及其制品中麻味物质的含量测定-紫外分光光度计法 4

 A.1 适用范围 4

 A.2 试剂 4

 A.3 仪器 4

 A.4 实验步骤 4

 A.5 计算 5

 A.6 精密度 6

前言

本标准由中国食品土畜进出口商会提出，委托商会调料分会制定。

本标准核心起草单位：四川家和原味香料有限公司、韩城市宏达花椒香料有限公司、四川丁点儿食品开发股份有限公司、山东百佳食品有限公司、山东庞大调味食品有限公司。

本标准主要起草单位：四川省食品检验研究院、成都中医药大学、中国标准化研究院、中华人民共和国梧州海关（南宁海关香料检测区域性中心实验室）、山东农业大学、四川美料美味食品科技有限公司、四川天味食品集团股份有限公司、幺麻子食品股份有限公司。

本标准协同起草单位：通标标准技术服务（青岛）有限公司、海乐香辛料（济南）有限公司、英联食品投资（中国）有限公司、山东万兴调味品有限公司、山东泰山立福食品科技有限公司。

本标准主要起草人：杜钢、钟慈平、赵镭、吴耀军、陈双亭、黄兴太、吴纯洁、姜卫东、刘继华、崔培恩、马伟、何成军、温泉、冉东、钟葵、杨晓勤、任康、赵跃军、毛学军，李伟、李雪、李英超、周娟妮、樊聪、孙婵、潘发琼，张文，冷观雪、罗强祖、贺红、王华雨、付瑜、朱翔、蒋凌燕、尤霜、苏绍涛、刘桂宁、孙秀东、李漪、袁秉康、周长部、王洪杰。

本标准协同起草人：张明月、王晓燕，王琦、文旭娟、李倩、牛亚鑫、吕国强。

本标准由中国食品土畜进出口商会及团标发起单位组织实施并解释。

本标准由中国食品土畜进出口商会 2022 年 4 月 15 日批准发布。

本标准自 2022 年 5 月 15 日起实施。

花椒及其制品中麻味物质的含量测定-液相色谱法

A.1 适用范围

本方法适用于花椒及其制品中麻味物质（以羟基- α -山椒素计）的含量测定。

A.2 试剂

A.2.1 甲醇（分子式 CH_3OH ）：分析纯。

A.2.2 无水乙醇（分子式 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ ）：分析纯。

A.2.3 羟基- α -山椒素（CAS：83883-10-7，分子式： $\text{C}_{16}\text{H}_{25}\text{NO}_2$ ，分子量：263.38，纯度 > 98%）。

A.3 仪器

A.3.1 分析天平：感量 0.0001g 和 0.00001g。

A.3.2 超声波清洗器（功率：500W）。

A.3.3 高速离心机： $\geq 4500\text{r/min}$ 。

A.3.4 液相色谱仪，配紫外检测器。

A.4 仪器参考条件

表 1 仪器参考条件

注： 相条 参考 可根 体色 离度 调	A 相：水		B 相：甲醇	波长：268nm	本液 件为 条件 据具 谱分 适当 整。
	柱温：35℃		流速：0.8mL/min	进样量：5μL	
	色谱柱：C18 柱，柱长 250mm，内径 4.6mm，粒径 5μm，或等效色谱柱。				
	流动相梯度洗脱程序				
	时间/min	A (%)		B (%)	
	0.00	45.0		55.0	
	1.00	45.0		55.0	
	20.00	20.0		80.0	
27.00	5.0		95.0		

A.5 验 骤	28.00	45.0	55.0	实 步
	30.00	45.0	55.0	

A.5.1 标准溶液的配制

准确称取羟基- α -山椒素 10mg（精确至 0.01mg），用甲醇溶解并转移至 10mL 棕色容量瓶中，定容至刻度，摇匀，即得每 1mL 含 1mg 羟基- α -山椒素的对照品储备溶液；准确吸取上述储备溶液 1mL 置 10mL 容量瓶中，用无水乙醇定容至刻度，摇匀，即得每 1mL 含 0.1mg 羟基- α -山椒素对照品使用溶液（现配现用）。

A.5.2 标准曲线的配制

准确吸取上述羟基- α -山椒素对照品使用溶液适量，用无水乙醇配制成 0~100 μ g/mL 的标准系列工作溶液（现配现用，可根据仪器灵敏度适当调整浓度范围），将标准系列工作溶液分别注入液相色谱仪中，测定相应的峰面积，以标准系列工作溶液的质量浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

A.5.3 样品测定

花椒和花椒粉：取混匀的样品粉末（过孔径 0.95 ± 0.05 mm 筛，约 20 目）约 0.3g，精密称定，置锥形瓶，加入无水乙醇 80mL，超声提取 15 分钟，放冷后转移至 100mL 容量瓶并定容至刻度。摇匀后取适量提取液于 4500r/min 离心 5min。精密量取上清液 1mL，置 10mL 量瓶中，加无水乙醇至刻度，摇匀，过 0.45 μ m 滤膜，作为供试品溶液。将供试品溶液注入液相色谱仪中，测定相应的峰面积，从标准曲线上读出供试品溶液中羟基- α -山椒素的浓度，按公式（1）计算花椒和花椒粉中麻味物质（以羟基- α -山椒素计）含量。稀释倍数可根据样品含量适当调整。

花椒油：取混匀的样品约 0.3g，精密称定，置锥形瓶，加入无水乙醇 80mL，超声提取 15 分钟，放冷后转移至 100mL 容量瓶并定容至刻度。摇匀后取适量提取液于 4500r/min 离心 5min，取上清液过 0.45 μ m 滤膜，作为供试品溶液。将供试品溶液注入液相色谱仪中，测定相应的峰面积，从标准曲线上读出供试品溶液中羟基- α -山椒素的浓度，按公式（1）计算花椒油中麻味物质（以羟基- α -山椒素计）含量。稀释倍数可根据样品含量适当调整。

花椒提取物：取混匀的样品约 0.3g，精密称定，置锥形瓶，加入无水乙醇 80mL，超声提取 15 分钟，放冷后转移至 100mL 容量瓶并定容至刻度。摇匀后取适量提取液于 4500r/min 离

心 5min。精密量取上清液 1mL，置 50mL 量瓶中，加无水乙醇至刻度，摇匀，过 0.45μm 滤膜，作为供试品溶液。将供试品溶液注入液相色谱仪中，测定相应的峰面积，从标准曲线上读出供试品溶液中羟基-α-山椒素的浓度，按公式（1）计算花椒提取物中麻味物质（以羟基-α-山椒素计）含量。稀释倍数可根据样品含量适当调整。

A.6 计算

试样中麻味物质的含量按公式（1）计算：

$$X = \frac{c \times v \times f}{m} \times \frac{100}{1000 \times 1000} \quad (1)$$

式中：

X —— 试样中待测组分的含量，单位为克每百克（g/100g，以羟基-α-山椒素计）；

c —— 试样溶液中待测组分的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

v —— 样品经无水乙醇提取后的定容体积，单位为毫升（mL）；

m —— 试样的称样量，单位为克（g）；

f —— 无水乙醇提取定容后的稀释倍数；

计算结果保留三位有效数字。

A.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不得超过算术平均值的 10%。

花椒及其制品中麻味物质的含量测定-紫外分光光度计法

A.1 适用范围

本方法适用于花椒及其制品中麻味物质（以羟基- α -山椒素计）的含量测定。

A.2 试剂

A.2.1 甲醇（分子式 CH_3OH ）：分析纯。

A.2.2 无水乙醇（分子式 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ ）：分析纯。

A.2.3 羟基- α -山椒素（CAS：83883-10-7，分子式： $\text{C}_{16}\text{H}_{25}\text{NO}_2$ ，分子量：263.38，纯度 > 98%）。

A.3 仪器

A.3.1 分析天平：感量 0.0001g 和 0.00001g。

A.3.2 超声波清洗器（功率：500W）

A.3.3 高速离心机： $\geq 4500\text{r/min}$

A.3.4 紫外分光光度计

A.4 实验步骤

A.4.1 标准溶液的配制

准确称取羟基- α -山椒素 10mg（精确至 0.01mg），用甲醇溶解并转移至 10mL 棕色容量瓶中，定容至刻度，摇匀，即得每 1mL 含 1mg 羟基- α -山椒素的对照品储备溶液；准确吸取上述储备溶液 1mL 置 10mL 容量瓶中，用无水乙醇定容至刻度，摇匀，即得每 1mL 含 0.1mg 羟基- α -山椒素的对照品使用溶液（现配现用）。

A.4.2 标准曲线的配制

准确吸取上述羟基- α -山椒素对照品使用溶液适量，用无水乙醇配制成 0~8 $\mu\text{g/mL}$ 的标准系列溶液（现配现用，可根据吸光度值适当调整浓度范围），紫外分光光度计在波长 268 nm 处测定其吸光度值，以无水乙醇进行空白校正，羟基- α -山椒素浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）为横坐标，吸光度值为纵坐标，绘制标准曲线。

A.4.3 样品测定

花椒和花椒粉：取混匀的样品粉末（过孔径 $0.95\pm 0.05\text{mm}$ 筛，约 20 目）约 0.3g，精密称定，置锥形瓶，加入无水乙醇 80mL，超声提取 15 分钟，放冷后转移至 100mL 容量瓶并定容至刻度。摇匀后取适量提取液于 4500r/min 离心 5min。精密量取上清液 1mL，置 100mL 量瓶中，加无水乙醇至刻度，摇匀，得供试品溶液。紫外分光光度计在波长 268nm 处测定其吸光度值，从标准曲线上读出供试品溶液中羟基- α -山椒素的浓度，按公式（2）计算花椒和花椒粉中麻味物质（以羟基- α -山椒素计）含量。稀释倍数可根据样品含量适当调整。

花椒油：取混匀的样品约 0.3g，精密称定，置锥形瓶，加入无水乙醇 80mL，超声提取 15 分钟，放冷后转移至 100mL 容量瓶并定容至刻度。摇匀后取适量提取液于 4500r/min 离心 5min。精密量取上清液 2mL，置 10mL 量瓶中，加无水乙醇至刻度，摇匀，得供试品溶液。紫外分光光度计在波长 268nm 处测定其吸光度值，从标准曲线上读出供试品溶液中羟基- α -山椒素的浓度，按公式（2）计算花椒油中麻味物质（以羟基- α -山椒素计）含量。稀释倍数可根据样品含量适当调整。

花椒提取物：取混匀的样品约 0.3g，精密称定，置锥形瓶，加入无水乙醇 80mL，超声提取 15 分钟，放冷后转移至 100mL 容量瓶并定容至刻度。摇匀后取适量提取液于 4500r/min 离心 5min。精密量取上清液 1mL，置 50mL 量瓶中，加无水乙醇至刻度。摇匀后再精密量取 1mL，置 10mL 量瓶中，加无水乙醇至刻度，摇匀，得供试品溶液。紫外分光光度计在波长 268nm 处测定其吸光度值，从标准曲线上读出供试品溶液中羟基- α -山椒素的浓度，按公式（2）计算花椒提取物中麻味物质（以羟基- α -山椒素计）含量。稀释倍数可根据样品含量适当调整。

A.5 计算

试样中麻味物质的含量按公式（2）计算：

$$X = \frac{c \times v \times f}{m} \times \frac{100}{1000 \times 1000} \quad (2)$$

式中：

X —— 试样中待测组分的含量，单位为克每百克（g/100g，以羟基- α -山椒素计）；

c —— 试样溶液中待测组分的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

v —— 样品经无水乙醇提取后的定容体积，单位为毫升（mL）；

m —— 试样的称样量，单位为克（g）；

f —— 无水乙醇提取定容后的稀释倍数；

计算结果保留三位有效数字。

A.6 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不得超过算术平均值的 10%。

CFNA