

月旭科技食品中合成着色剂的测定

1、适用范围

适用于食品中柠檬黄、新红、苋菜红、胭脂红、日落黄、亮蓝、赤藓红等 7 种着色剂的测定（本实验用硬糖为基质）

参考标准：《GB 5009.35-2016 食品安全国家标准食品中合成着色剂的测定》

2、溶液的配制

1)标准储备液:分别精确称取 7 种色素 50mg,用 pH 为 6 的水溶解并定容到 50mL,浓度为 1000mg/L。

2)100mg/L 标准使用液:精确移取 7 种色素 1000mg/L 单标 5mL,用 pH 为 6 的水溶解并定容到 50mL,浓度为 100mg/L

3) 乙酸铵溶液 (0.02mol/L): 称取 1.54g 乙酸铵,加水至 1000mL,溶解,经 0.45 μ m 滤膜过滤。

4) 甲醇-甲酸 (6+4) 溶液: 量取甲醇 60 mL,甲酸 40 mL,混匀。

5) 柠檬酸溶液: 称取 20 g 柠檬酸 ($C_6H_8O_7 \cdot H_2O$),加水至 100 mL,溶解混匀。

6) 氨水溶液: 量取 2mL 氨水,加水至 100mL

7) 无水乙醇-氨水-水 (7+2+1) 溶液: 量取无水乙醇 70mL,氨水溶液 (6) 水 10mL,混匀。

8) pH=6 的水: 水加柠檬酸溶液调节至 pH 到 6。

9) pH=4 的水: 水加柠檬酸溶液调节至 pH 到 4。

3、提取步骤

糖: 称取 10g 糖,加入 30mL 水,加热超声 10min,移取上清液溶液至 100mL 容量瓶中,重复提取 3 次,最后用水定容至 100mL; 称取上清液 20g,加入 3mL 甲酸,混匀,待净化。

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom®PA 规格：1000 mg/6mL。

活化：5 mL 甲醇、5 mL 水，5 mL pH=6 的水，弃去；

上样：待净化液全部上样，控制流速，不宜过快，弃去；

淋洗：10 mL pH = 4 的水，20 mL 甲醇-甲酸（6+4）洗去天然色素，10 mL pH=7 的水洗至中性，
弃去

洗脱：15mL 无水乙醇-氨水-水（7+2+1）溶液，收集于蒸发皿中，抽干

将洗脱液置于 80 °C 水浴挥干，用水定容至 5 mL，过 0.45µm 水膜，上机测定。

5、注意事项

1)加标水平: 10g 样中, 分别加入 0.5mL100mg/L 混标, 最终定容到 5mL, 因此加标水平分别为 5mg/kg。

最终机读数为 2mg/L

2)GB5009.35-2016 中赤藓红没有采用 PA 吸附的方法, 因赤藓红在 PA 柱上的吸附性很小, 在淋洗过程就会被大部分洗下来

3)加甲酸, 使上样液呈酸性, 能更好的吸附在填料上

4)SPE 净化过程, 控制流速, 建议 1mL/min 左右 (PA 小柱可适当抽真空)

5)最后上机前, 选用水系滤膜进行过滤

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate®XB-C18 4.6×250mm, 5µm

流动相：A-0.02mol/L 乙酸铵溶液，B-甲醇（梯度见下表 1）

流速：1.0mL/min

声明:除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编：321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

柱温：30℃

进样量：20μL

检测波长：245nm

表1：液相色谱梯度洗脱条件

时间/min	0.02 mM 乙酸铵溶液/%	甲醇/%
0	95	5
10	80	20
18	20	80
25	20	80
25.1	95	5

7、色谱图或者加标回收率结果

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

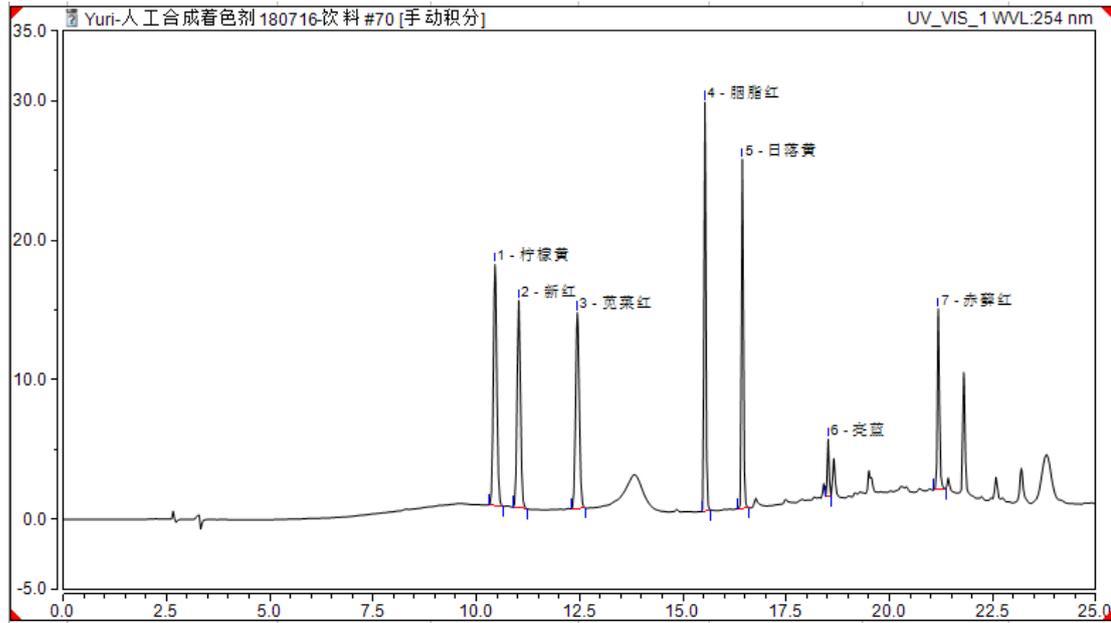


图 1.合成着色剂混标 2mg/L 图谱

序号	峰名称	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	相对峰面积 %	拖尾因子	分离度 (EP)	不对称度 (EP)	塔板数 (EP)
1	柠檬黄	10.452	1.6819	17.30	20.24	1.12	3.82	1.07	74331
2	新红	11.025	1.3975	14.86	16.82	1.14	9.17	1.08	88812
3	苋菜红	12.445	1.4433	14.05	17.37	1.12	25.59	1.07	93856
4	胭脂红	15.532	1.5010	29.33	18.07	1.23	11.28	1.15	612648
5	日落黄	16.438	1.3226	25.05	15.92	1.26	25.49	1.16	645602
6	亮蓝	18.515	0.2064	4.09	2.48	1.18	31.49	1.10	825456
7	赤藓红	21.183	0.7553	12.98	9.09	1.23	n.a.	1.17	918808

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

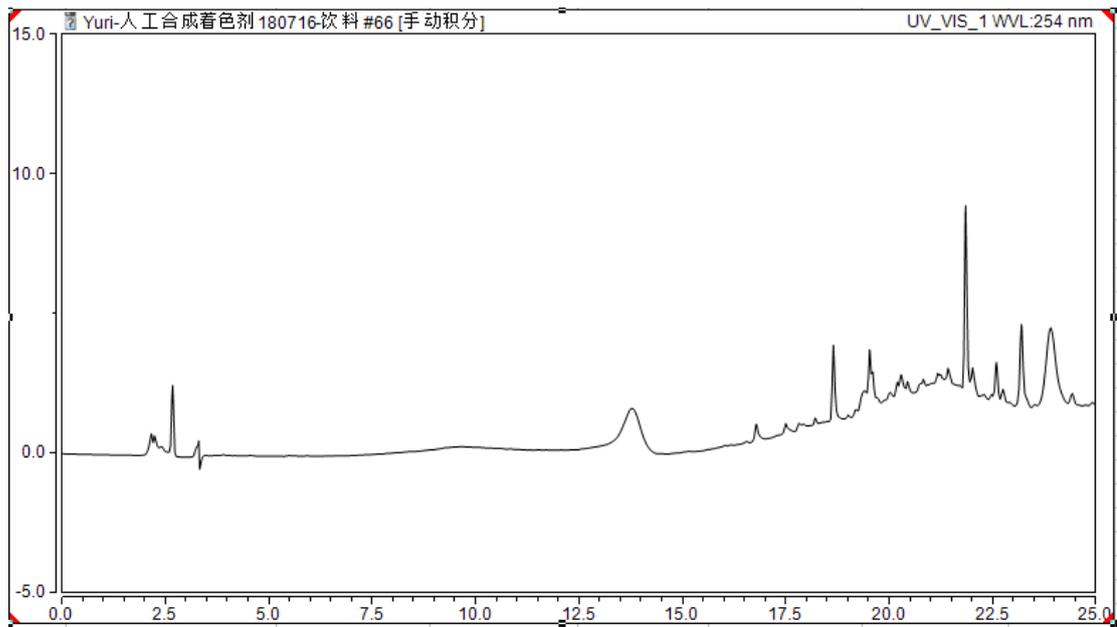


图 2 糖样品过 PA 图谱

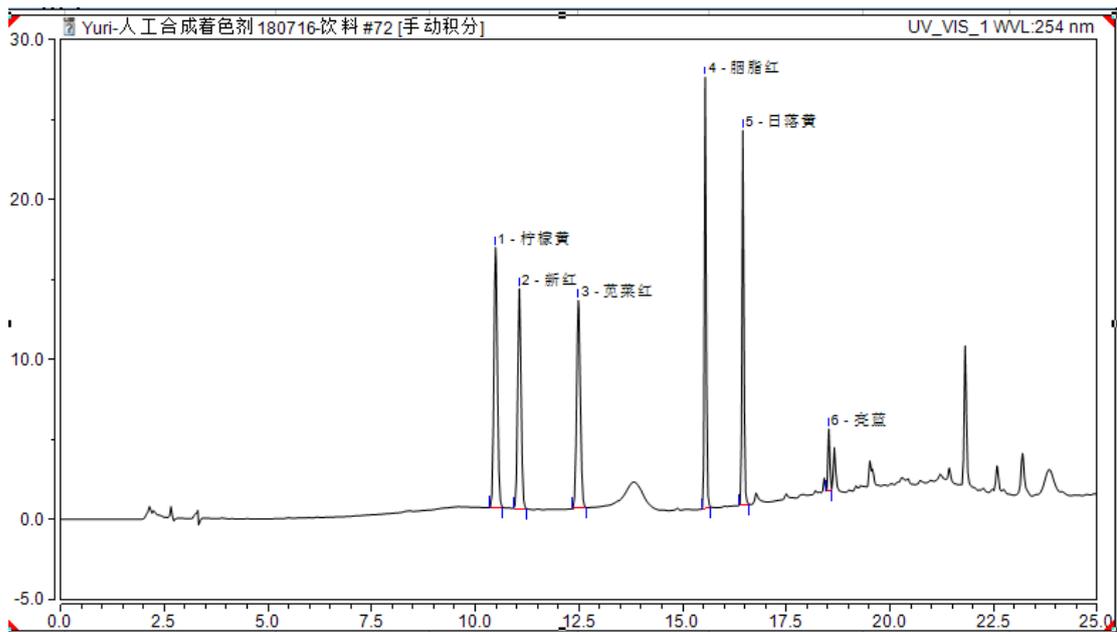


图 3 糖样品加标 5mg/kg 过 PA 图谱

表 2.糖过 PA 小柱加标回收表

PA	名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% (n=4)
1	柠檬黄	5	94%	0.19%
2	新红	5	92%	0.82%
3	苋菜红	5	91%	1.64%
4	胭脂红	5	89%	2.04%
5	日落黄	5	94%	0.04%
6	亮蓝	5	94%	1.12%

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00541-20007	Welchrom® PA	1000mg/6mL, 30pk
00000-30016	50mL 螺口尖底离心管	50 支/包
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
00821-32291	盖子+垫子	预切口红色色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短 螺纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2ml 透明短螺纹广口样品瓶 (带手写处), 11.6*32mm, 一级水解玻璃 100pk
00201-31043	Ultimate® XB-C18	4.6×250mm, 5μm
00826-T446P25 0	柠檬黄	CAS:1934-21-0, 250mg
C15506000	新红	CAS:220658-76-4, 0.1g
00826-A386P25 0	苋菜红	CAS:915-67-3, 250mg
00826-P732P10 0	胭脂红	CAS:2611-82-7, 100mg
00826-S184P10 0	日落黄	CAS:2783-94-0, 100mg
00826-A632P2 50	亮蓝标准品	CAS No.:3844-45-9, 250mg
00826-E202P25 0	赤藓红标准品	CAS No.:16423-68-0, 250mg

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

00803-01102	圆片微孔滤膜	进口 MCE 50mm*0.45μm 200pk
-------------	--------	--------------------------