

## 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（本实验用红酒为基质）

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 $\mu$ m 滤膜过滤。

4) 10%甲酸水溶液: 10mL 甲酸+90mL 水

5) 15%氨水甲醇: 15mL 氨水+85mL 甲醇

### 3、提取步骤

移取 1.0mL 样品,加入 0.5mL 甲醇和 0.3mL 甲酸,混匀,待净化。

### 4、SPE 净化步骤

SPE 柱: 月旭 Welchrom®P-WAX 规格: 150 mg/6mL。

活化: 5mL 甲醇, 5 mL10%甲酸水活化, 弃去

上样: 待净化液全部上样, 弃去

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

淋洗：加入 5 mL 甲醇，弃去

洗脱：8mL15%氨水甲醇溶液，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 0.45 $\mu$ m 水膜，上机测定。

## 5、注意事项

1)加标水平: 1g 样中, 分别加入 0.1mL100mg/L 混标, 最终定容到 5mL, 因此加标水平分别为 10mg/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, 通过方法优化, 选用 P-WAX, 可以同时处理包含赤藓红在内的 7 种着色剂

3)为了更好的保证小柱对合成着色剂的吸附, 加甲酸, 使样液呈酸性,

4)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 $\times$ 250mm, 5 $\mu$ m

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

柱温：30°C

进样量：20 $\mu$ L

检测波长：245nm

### 表1：液相色谱梯度洗脱条件

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

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

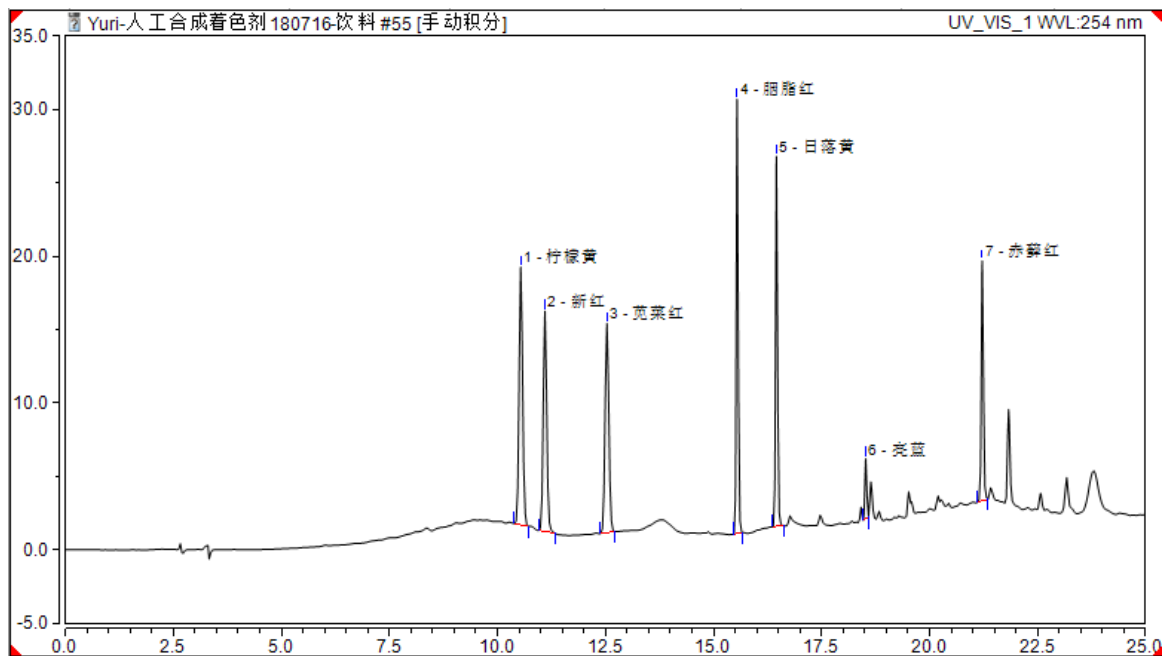


图 1.合成着色剂混标 2mg/L 图谱

序号	峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	分离度	不对称度	塔板数
		min	mAU*min	mAU	%		(EP)	(EP)	(EP)
1	柠檬黄	10.538	19.70	17.57	19.70	1.14	3.77	1.08	78741
2	新红	11.097	16.68	15.01	16.68	1.13	9.36	1.09	90974
3	苋菜红	12.532	17.01	14.26	17.01	1.10	25.34	1.06	97941
4	胭脂红	15.545	17.59	29.60	17.59	1.27	11.44	1.17	630185
5	日落黄	16.455	15.57	25.21	15.57	1.26	25.48	1.16	657149
6	亮蓝	18.522	2.42	4.10	2.42	1.10	31.80	1.06	827832
7	赤藓红	21.218	11.03	16.35	11.03	1.18	n.a.	1.11	916566

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

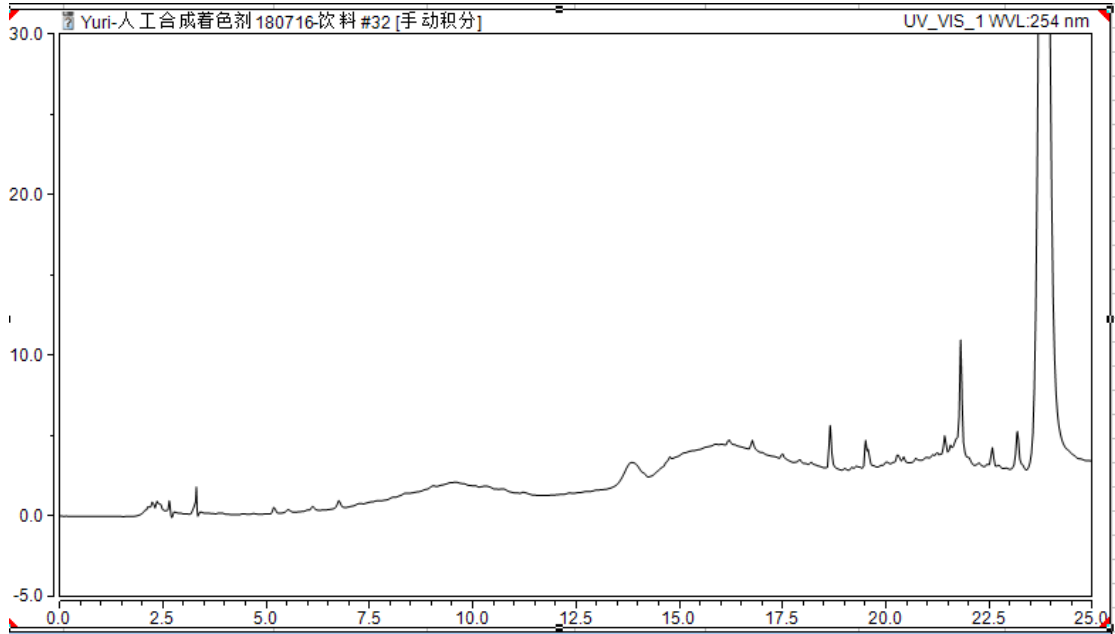


图 2 红酒样品过 P-WAX 图谱

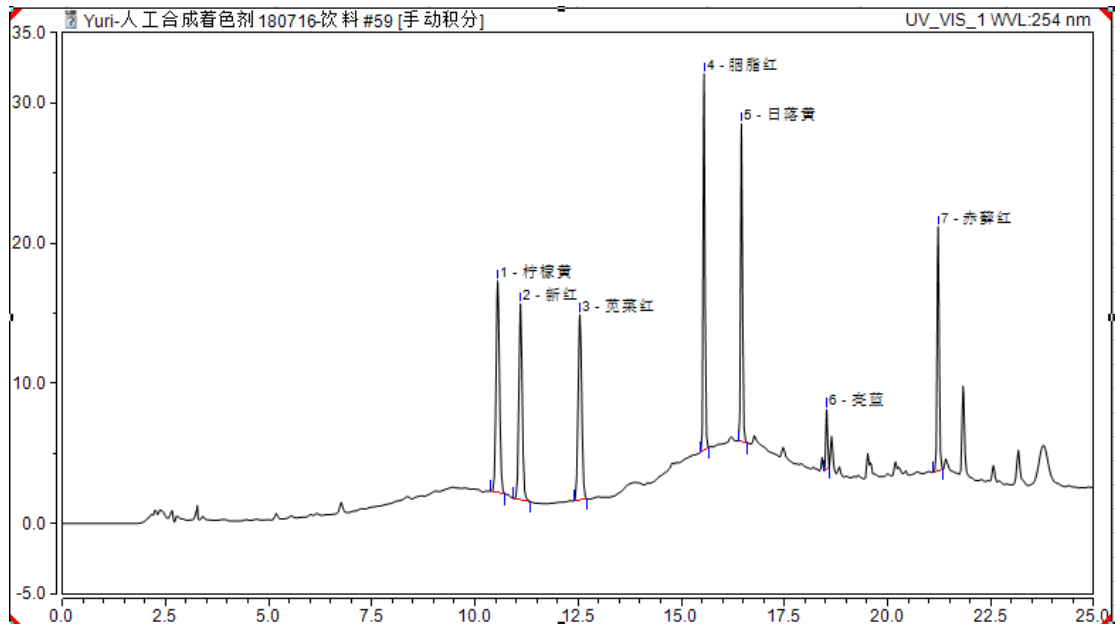


图 3 红酒样品加标 10mg/kg 过 P-WAX 图谱

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

表 2.红酒过 P-WAX 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	10	86%	1.49%
2	新红	10	90%	2.60%
3	苋菜红	10	91%	1.02%
4	胭脂红	10	90%	0.50%
5	日落黄	10	88%	2.50%
6	亮蓝	10	97%	8.37%

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
00525-20043	Welchrom®P-WAX	150mg/6ml, 30pk
00000-30013	15mL 尖底离心管	15ml 螺口尖底离心管, 100 支/包
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/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 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00201-31043	Ultimate® XB-C18	4.6×250mm, 5μm
00826-T446P25 0	柠檬黄标准品	CAS No.:1934-21-0, 250mg
C15506000	新红标准品	CAS No.:220658-76-4, 纯品型, 有证书, 0.1g
00826-A386P2 50	苋菜红标准品	CAS No.:915-67-3, 250mg
00826-P732P10 0	胭脂红标准品	CAS No.:2611-82-7, 100mg
00826-S184P10 0	日落黄标准品	CAS No.: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
00803-01102	圆片微孔滤膜	进口 MCE 50mm*0.45μm 200pk

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

