

## 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（本实验用蜜饯为基质）

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) 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

称取 1g 样品，加入 30mL 水，加热超声 10min，离心 2min (6000r/min)，移取上清液至 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，待净化。

### 4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom®PA (聚酰胺小柱) 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：1g 样中，分别加入 0.5mL 100mg/L 混标，最终定容到 5mL，因此加标水平分别为 50mg/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) SPE 净化过程，控制流速，建议 1mL/min 左右 (PA 小柱可适当抽真空)

4) 最后上机前，选用水系滤膜进行过滤

5) 移取上清液时，尽量避免吸取过多悬浮物；若悬浮物过多，可在最后称取 20g 后，再次离心 2min (6000r/min)，最后再净化

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：321000 E-mail: lingyuyu@welchmat.com

## 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

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

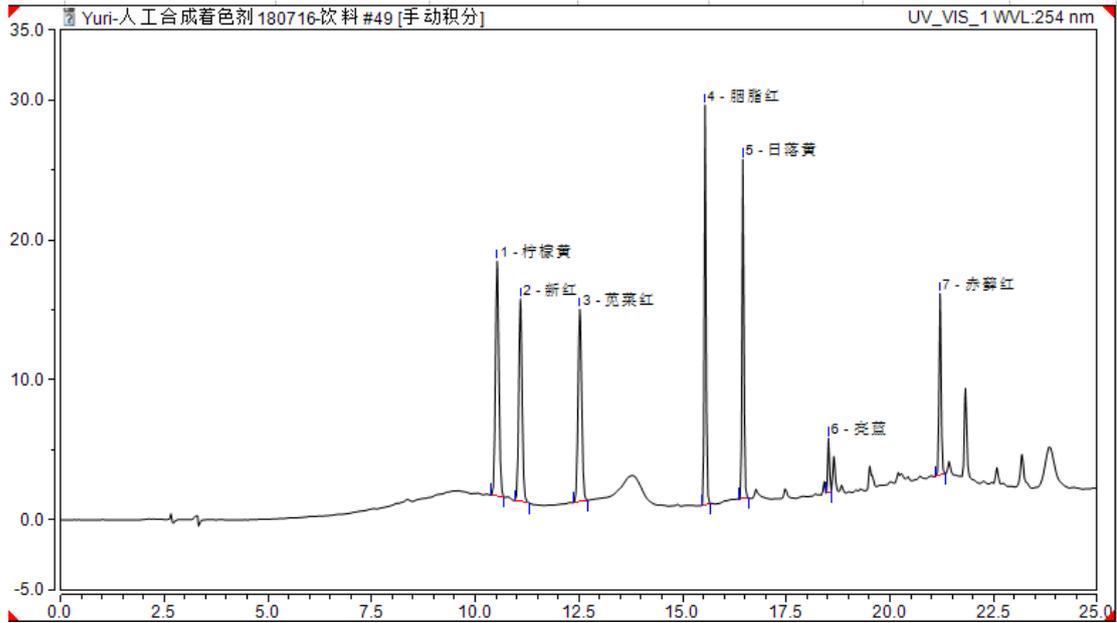


图 1.合成着色剂混标 2mg/L 图谱

序号	峰名称	保留时间	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	10.527	1.6146	16.79	20.15	1.11	3.77	1.07	77187
2	新红	11.087	1.3521	14.49	16.88	1.14	9.39	1.09	92074
3	苋菜红	12.520	1.3884	13.75	17.33	1.11	25.43	1.07	98088
4	胭脂红	15.542	1.4433	28.59	18.01	1.22	11.44	1.15	629391
5	日落黄	16.452	1.2692	24.25	15.84	1.27	25.40	1.17	658057
6	亮蓝	18.518	0.1966	3.87	2.45	1.13	31.55	1.07	815102
7	赤藓红	21.207	0.7480	12.99	9.34	1.17	n.a.	1.11	911520

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

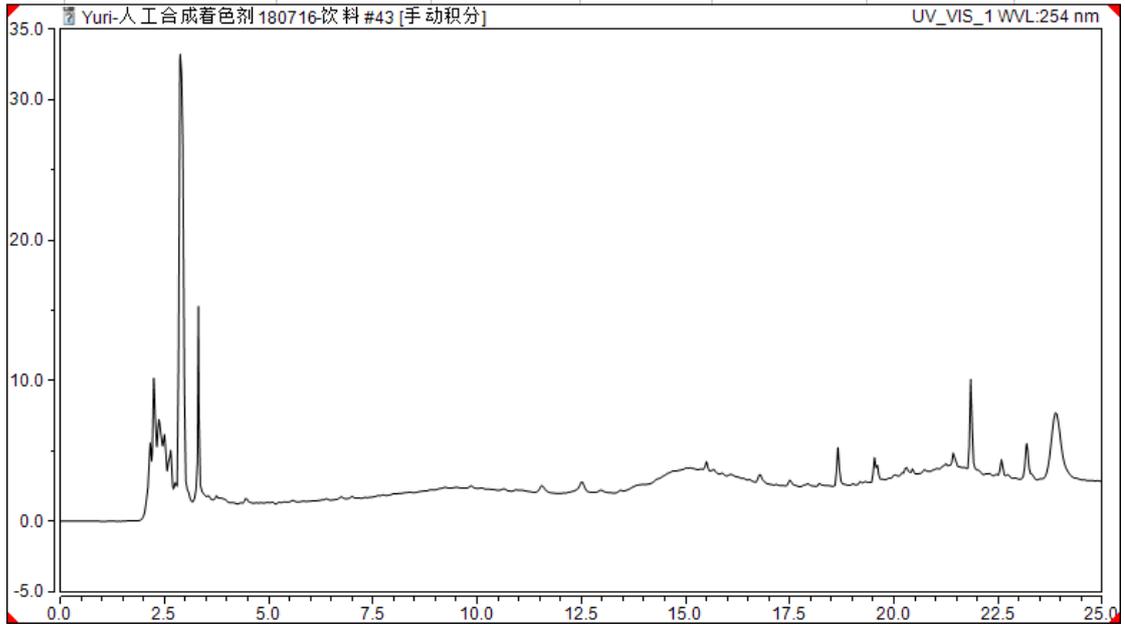


图 2 蜜饯样品过 PA 图谱

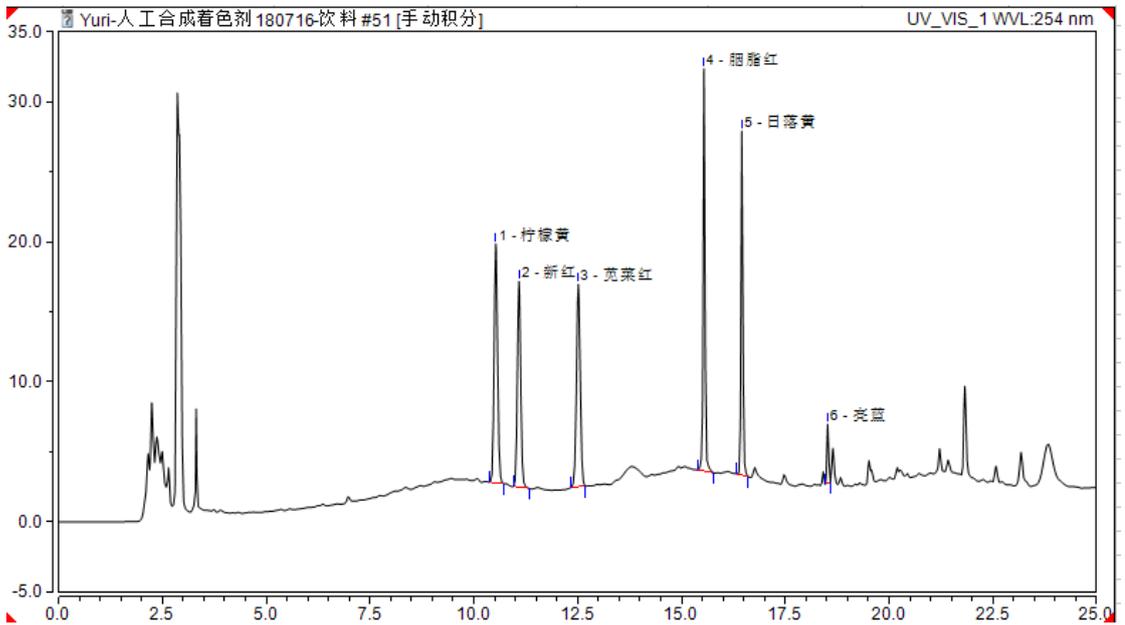


图 3 蜜饯样品加标 50mg/kg 过 PA 图谱

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 蜜钱过 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	50	100%	3.34%
2	新红	50	100%	2.15%
3	苋菜红	50	106%	4.44%
4	胭脂红	50	104%	3.56%
5	日落黄	50	100%	3.68%
6	亮蓝	50	108%	2.24%

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
00000-30013	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	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

0		
00803-01102	圆片微孔滤膜	进口 MCE 50mm*0.45μm 200pk