

## 食品中合成着色剂的测定 GB 5009.35-2016

### 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、赤藓红的测定（该实验选用基质为八宝粥）

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. 标准贮备液：分别称取柠檬黄、新红、苋菜红、胭脂红、日落黄、亮蓝、赤藓红 标准品 10mg，用 10%乙醇水稀释至 10mL，溶度为 1000 $\mu$ g/mL
2. 混合标准工作液：准确移取 7 种合成着色剂标准贮备液各 1mL，用 10%乙醇水稀释至 10mL，溶度为 100 $\mu$ g/mL,作为 7 种合成着色剂混合标准工作液。
3. 10%乙醇水：10mL 乙醇用水定容至 100mL。
4. 流动相 A：称取 1.54g 乙酸铵，用水溶解定容至 1000mL，过 0.45  $\mu$ m 水膜。
5. 提取剂：140mL 的乙醇：乙腈（2：1），再加上 60mL 水和 2mL 氨水。
6. 10%甲酸水：10mL 甲酸用水定容至 100mL。
7. 5%氨水甲醇：5mL 氨水，用甲醇定容至 100mL。

### 3、提取步骤

- 1) 称取八宝粥 4g 置于 50mL 离心管中，加 10mL 提取剂（2-5），振荡，超声 5min，4000r 离心 5min，移取上清液。

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

- 2) 再向下层残渣中加入 10mL 提取液, 振荡, 超声 5min, 4000r 离心 5min, 移取上清液; 再向下层残渣中加入 10mL 提取液, 振荡, 超声 5min, 4000r 离心 5min, 移取上清液; 合并上清液, 振荡摇匀。
- 3) 上清液置于 100mL 旋转蒸发瓶中, 40° 旋蒸至 15mL, 用柠檬酸水溶液调 pH 至 6, 待净化。

#### 4、SPE 净化步骤

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

活化: 5mL 甲醇、5mL 10%甲酸水, 弃去;

上样: 待净化液全部上样, 控制流速, 不宜过快, 弃去;

淋洗: 5mL 甲醇, 弃去。

洗脱: 8mL 5%氨水甲醇洗脱, 收集于 15mL 离心管中, 抽干。

复溶: 洗脱液在 40° 氮吹下吹至干, 用水定容至 10mL, 供液相检测。



图 1 上样后效果图 (从左到右为样, 样加标)



图 2 洗脱后效果图 (从左到右为样, 样加标)

#### 5、注意事项

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

- 1) 加标水平：4g 样中加入 0.2mL 100 $\mu$ g/mL 合成着色剂混合标准工作液，定容至 10mL，因此加标水平为 5mg/kg，最终机度数为 2mg/L。
- 2) 复溶时，未能完全溶解，可在 50° 水浴中加热溶解。

## 6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C18 4.6×250mm, 5 $\mu$ m

流动相：A：0.02mol/L 乙酸铵 B：甲醇（梯度）

流速：1.000mL/min

柱温：30°C

进样量：20 $\mu$ L

检测波长：245nm

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
30	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:321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com

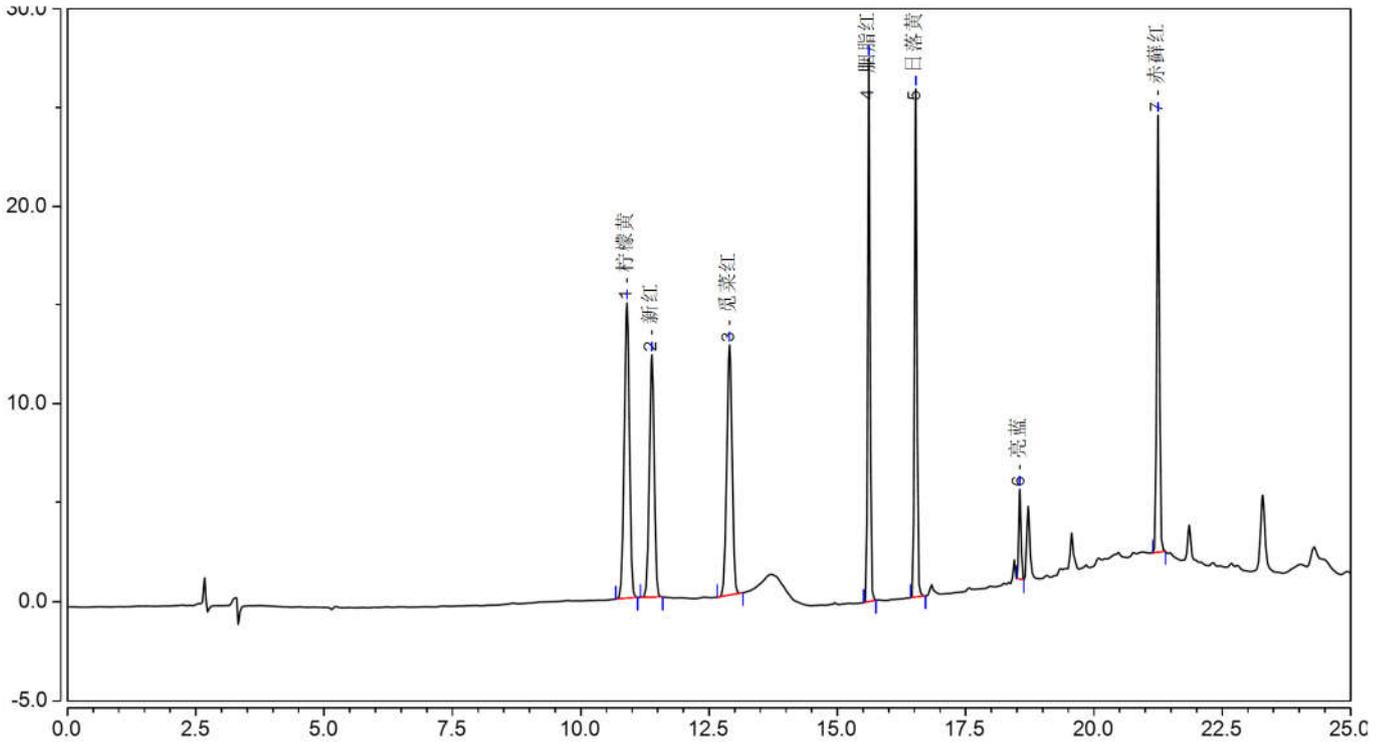


图 1. 7 种合成着色剂 2mg/L 图谱

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	分离度	塔板数
	min	mAU*min	mAU	%		(EP)	(EP)
柠檬黄	10.900	1.723	14.905	19.36	0.93	2.73	56275
新红	11.385	1.329	12.247	14.94	0.96	8.36	70034
苋菜红	12.898	1.518	12.640	17.05	0.95	20.07	73129
胭脂红	15.613	1.413	27.486	15.87	1.10	11.18	602613
日落黄	16.527	1.376	25.722	15.47	1.02	24.59	627896
亮蓝	18.555	0.234	4.567	2.63	1.12	30.91	818887
赤藓红	21.248	1.306	22.136	14.68	1.05	n.a.	840436

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

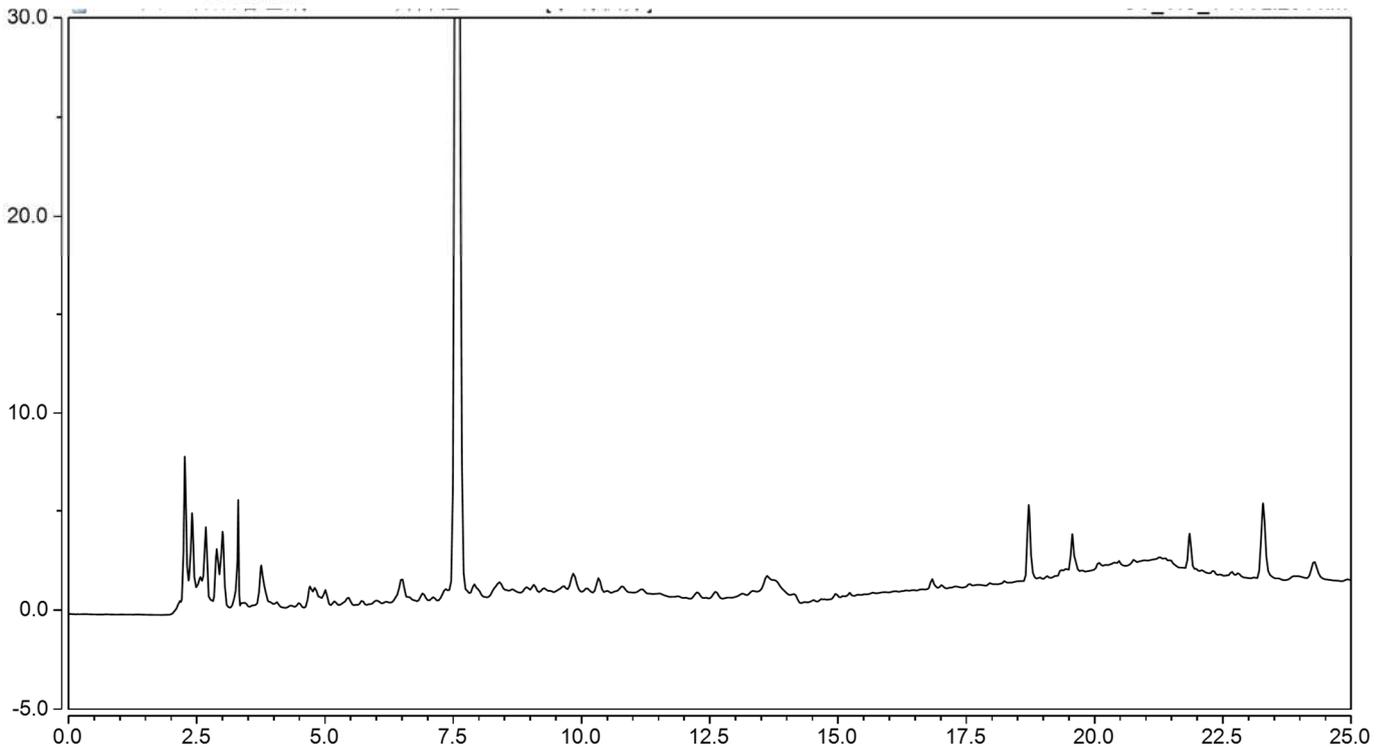


图 2.八宝粥样空白过 P-WAX 图谱

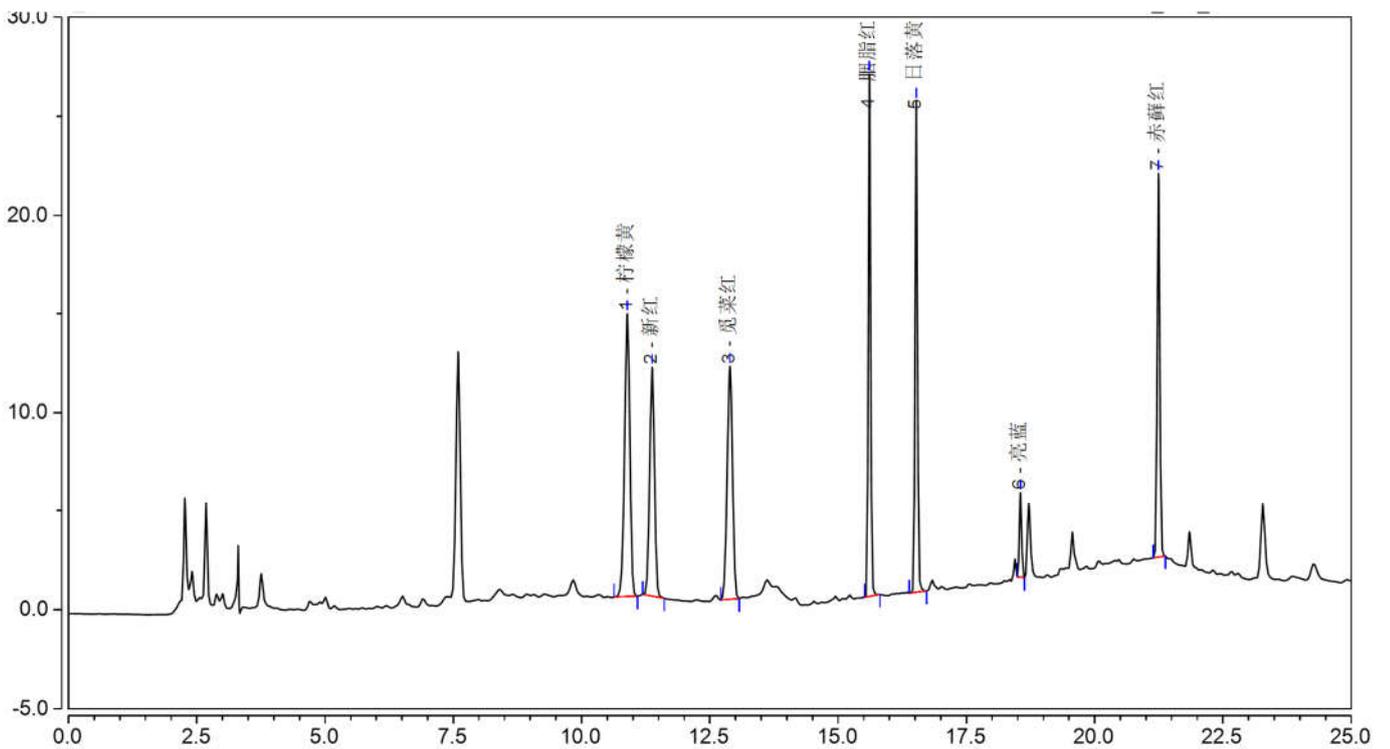


图 3. 八宝粥样加标 5mg/kg 过 P-WAX 图谱

### 表 1.P-WAX 加标回收率表

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

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD %
柠檬黄	5	98.54	0.38%
新红	5	95.07	0.42%
苋菜红	5	93.80	0.42%
胭脂红	5	97.49	1.30%
日落黄	5	96.97	0.63%
亮蓝	5	95.30	1.58%
赤藓红	5	87.67	0.54%

## 8、相关产品信息

货号	名称	规格
00525-20043	SPE 小柱	Welchrom®P-WAX, 150mg/6ml, 30pk
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管, 平盖, 锥形底, RCF12000xg, 袋装, 未灭菌, 50ml, 50/包
00837-05002	15mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管, 平盖, 锥形底, RCF12000xg, 袋装, 未灭菌, 15ml, 50/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-T446P250	柠檬黄标准品	CAS No.:1934-21-0, 250mg
C15506000	新红标准品	CAS:220658-76-4
00826-A386P250	苋菜红标准品	CAS:915-67-3, 250mg
00826-P732P100	胭脂红标准品	CAS:2611-82-7, 100mg
00826-S184P100	日落黄标准品	CAS:2783-94-0, 100mg
00826-A632P250	亮蓝标准品	CAS:3844-45-9, 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: 321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com

00826-E202P250	赤藓红标准品	CAS: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:321000

E-mail:Lingyuyu@welchmat.com