

果冻中 8 种人工合成着色剂的测定

食品的色彩是食品感观品质的一个重要因素。人们在制作食品时常会使用一种食品添加剂—食用色素。目前使用的食用色素有天然食用色素和合成食用色素两大类。合成食用色素即人工合成的色素，其优点不少，如色泽鲜艳，着色力强，但它对人体也有一定的危害，如具有一定的毒性、致泻性、致突性（基因突变）和致癌性。鉴于食用合成色素的不安全性，国家也加强了对合成色素的监管，制订了食品添加剂使用标准（GB 2760-2011），对合成色素的检测非常重视，其中 GB5009.35-2016 食品中合成着色剂的测定的方法是采用聚酰胺吸附法测定，但是该方法有一定的局限性，实验中对温度有一定要求，且吸附力不稳定。本实验采用的聚合物基质的弱阴离子交换法，针对目标分析的 8 种人工合成色素中含有苯磺酸和苯甲酸结构，可以和离子基团更好的结合，这样对于样品有着更好的净化能力，并且保证了测定的稳定性，更适用于复杂基质的食品的检测。

1. 样品制备

1.取 8 种色素样品各 20 mg，分别溶于 10%的乙醇水溶液中，根据 HPLC 的出峰峰高调整相应浓度，配置成 50 ppm 浓度的混标溶液，待用。

2.取果冻基质 4g 于离心管内，加入 10 mL 的提取液（乙醇：氨水：水=7:2:1），震荡均匀 1min，在 4000 转的条件下离心 5min.提取上清液，重复三次，收集上清液备用。

3.取果冻基质的上清液 2 mL 于两个 10 mL 容量瓶中，用超纯水定容至 10 mL，加入 200 μ L50 ppm 的混标溶液，用柠檬酸溶液调节至 pH=6 (\pm 0.1)，作为上样液备用。

2. 实验方法

2.1 前处理实验

准备 SelectCore™ WAX 柱 (150 mg/6 mL)

1. 上样液：基质的全部液。
2. 活化：依次用 6 mL 甲醇、6 mL10%甲酸水溶液活化;(视频如下图，图左为 SelectCore™ WAX SPE 柱，图右为 Brand W SPE 柱)
3. 上样：上样液注入 SPE 小柱中，弃去流穿液;(视频如下图，图左为 SelectCore™ WAX SPE 柱，图右为 Brand W SPE 柱，为果冻基质上样)
4. 淋洗：移取 6 mL 的水溶液注入 SPE 小柱中，弃去淋洗液;
5. 洗脱：移取 6 mL 的 5%氨水甲醇液注入 SPE 小柱中，收集洗脱液;(视频如下图，图左为 SelectCore™ WAX SPE 柱，图右为 Brand W SPE 柱，视频中为色素回收实验中的色素洗脱环节)
6. 收集：氮气吹干,用 10%乙醇水溶液定容至 1 mL，过 0.45μm 有机滤膜，上 HPLC 检测。

2.2 HPLC 设定方法

色谱柱：ChromCore™ C18-AC 色素专用柱，5 μ m

规格： 4.6×250mm

流动相：A) 乙腈

B) 0.02m 乙酸铵水溶液

梯度设置：

时间	流动相 B
0	95
20	70
26	66
27	10
30	10
32	95
38	95

柱温箱：35℃

进样量：5 uL

波长：254 nm

3. 结果

图谱如下

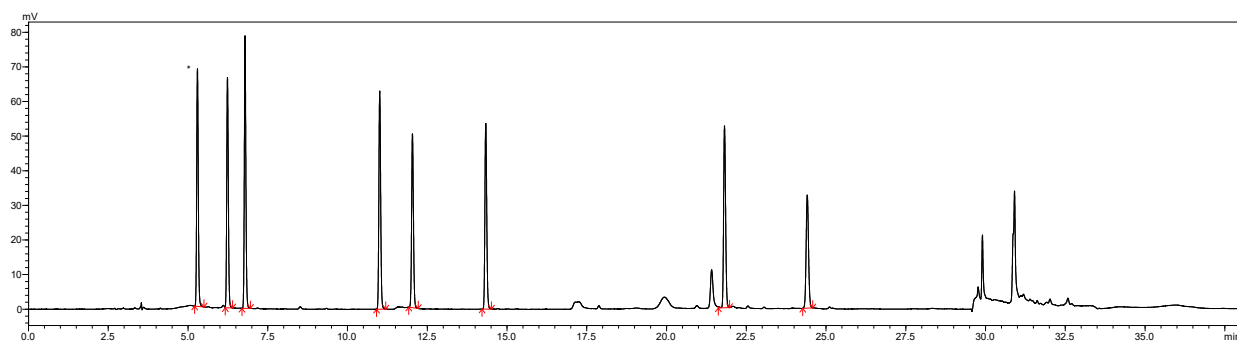


图1 混标

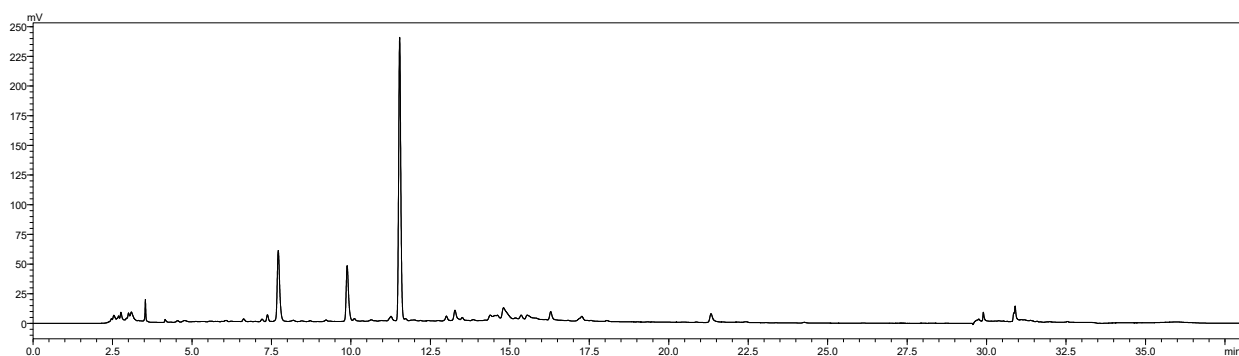


图2 果冻空白基质

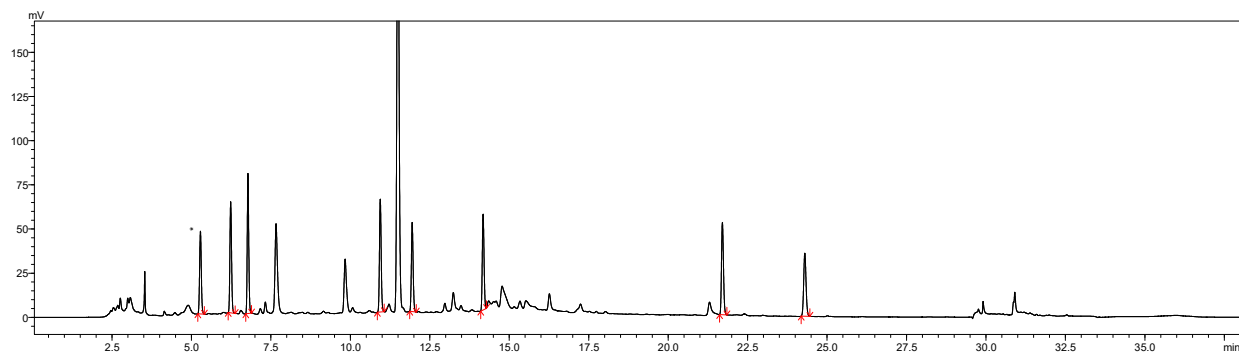


图3 添加水平为 2.5mg/kg 的果冻中人工合成色素检测图谱

回收率/色素	1 柠檬黄	2 新红	3 苋菜红	4 胭脂红	5 日落黄	6 诱惑红	7 亮蓝	8 赤藓红
SelectCore WAX	85.96%	94.67%	98.34%	98.48%	97.95%	98.65%	97.33%	91.95%

4. 结论

据实验结果显示，纳谱分析的 SelectCore™ WAX 柱 (150 mg/6 mL) 该款固相萃取柱对八种人工色素具有很好的保留效果，且在样品前处理过程中发现，相较于 Brand W 的 SPE 柱，纳谱的 SelectCore™ WAX 在流速上占有明显的优势---快且均匀，回收率也较为理想，结合纳谱分析的 ChromCore™ C18-AC, 5 μ m 4.6 \times 250mm 色素专用分析柱进行分析，峰型对称，分离度良好，可以满足食品中八种人工合成着色剂的测定。