



Creativity • Harmony

食品中 11 种合成着色剂的测定

概述	新发布 GB 5009.35-2023《食品安全国家标准 食品中合成着色剂的测定》增加了靛蓝、诱惑红、酸性红和喹啉黄 4 种合成着色剂，本标准代替 GB5009.35—2016《食品安全国家标准 食品中合成着色剂的测定》、GB5009.141—2016《食品安全国家标准 食品中诱惑红的测定》、GB/T9695.6—2008《肉制品 胭脂红着色剂测定》、GB/T21916—2008《水果罐头中合成着色剂的测定 高效液相色谱法》。
参考标准	参照 GB 5009.35-2023《食品安全国家标准 食品中合成着色剂的测定》
所用耗材	固相萃取柱选用：CH WAX 混合型弱阴离子交换反相吸附固相萃取柱，150mg/6mL，（订货号：CH04-1506） 色谱柱选用：CH C18 AQ 色谱柱，粒径 5 μ m，型号为 250x4.6mm（订货号：92-054625）
结论	<ol style="list-style-type: none">1. CH WAX 150mg/6mL 固相萃取柱回收率在 85.84-99.11%之间，RSD%<5%，满足需求2. CH C18 AQ 色谱柱测试 11 中色素的峰形尖锐对称、分离度满足需求。

一、测试过程:

1.1 前处理和净化过程

1) 试样提取

液体类试样 (雪碧)	准确称取常温状态试样 2g (精确至 0.001g), 置于 50mL 具塞离心管中, 加入适量 25mL 乙醇氨水溶液 (量取无水乙醇 700mL, 加入 4mL 氨水, 用水稀释至 1L, 混匀), 涡旋 1min, 超声提取 10min, 转移至 50mL 容量瓶中, 并用乙醇氨水定容至 50mL; 准确吸取上清液 10mL, 50°C 下氮吹浓缩至 3mL 左右, 分 2~3 次共加入 10mL 5% 甲醇水溶液, 溶解混匀, 待净化。
含油量较大的试样 (蛋糕)	准确称取试样 2g (精确至 0.001g), 置于 50mL 具塞离心管中, 加入 20mL 石油醚, 涡旋 1min, 超声提取 10min, 8000r/min 离心 5min, 弃去上清液, 加入 25mL 乙醇氨水溶液, 涡旋 1min, 超声提取 20min, 8000r/min 离心 5min, 取上清液置于 50mL 容量瓶中, 每次加入 5~10mL 乙醇氨水溶液重复提取, 至上清液无明显颜色, 合并上清液至 50mL 容量瓶中, 并用乙醇氨水定容至 50mL, 摇匀; 准确吸取上清液 10mL, 50°C 下氮吹浓缩至 3mL 左右, 分 2~3 次共加入 10mL 5% 甲醇水溶液, 溶解混匀, 待净化。

2) 净化过程: CH WAX 混合型弱阴离子交换反相吸附固相萃取柱, 150mg/6mL (订货号: CH04-1506)

活化: 依次用 6mL 甲醇和 6mL 水活化 WAX 固相萃取柱
 上样: 将 1.1 中的待净化液全部上样
 淋洗: 依次用 6mL 2% 甲酸水和 6mL 甲醇淋洗
 洗脱: 用 6mL 2% 氯化甲醇溶液洗脱, 分两次加入, 每次 3mL, 收集洗脱液
 浓缩定容: 将收集的洗脱液于 50°C 下氮吹浓缩至近干, 准确加入 2mL PH=9.0 的 20mmol/l 乙酸铵缓冲溶液, 涡旋摇匀, 然后用针筒过滤器过 0.45μm 滤膜, 取滤液作为待测液。

1.2 色谱条件:

色谱柱: CH C18 AQ 色谱柱, 粒径 5μm, 型号为 250x4.6mm (订货号: 92-054625)

流动相: A 为 20 mmol/L 乙酸铵溶液, B 为甲醇

梯度:

时间(min)	B%
0	10
2	40
19	50
22.5	55
24	95
33	95
34	10
42	10

流速: 1.0 mL/min

波长: 415nm(柠檬黄、喹啉黄)

520nm(新红、苋菜红、胭脂红、日落黄、诱惑红、酸性红和赤藓红)

610nm(靛蓝、亮蓝)

柱温: 30°C

进样量: 10μL

二、测试结果:

2.1 测试数据

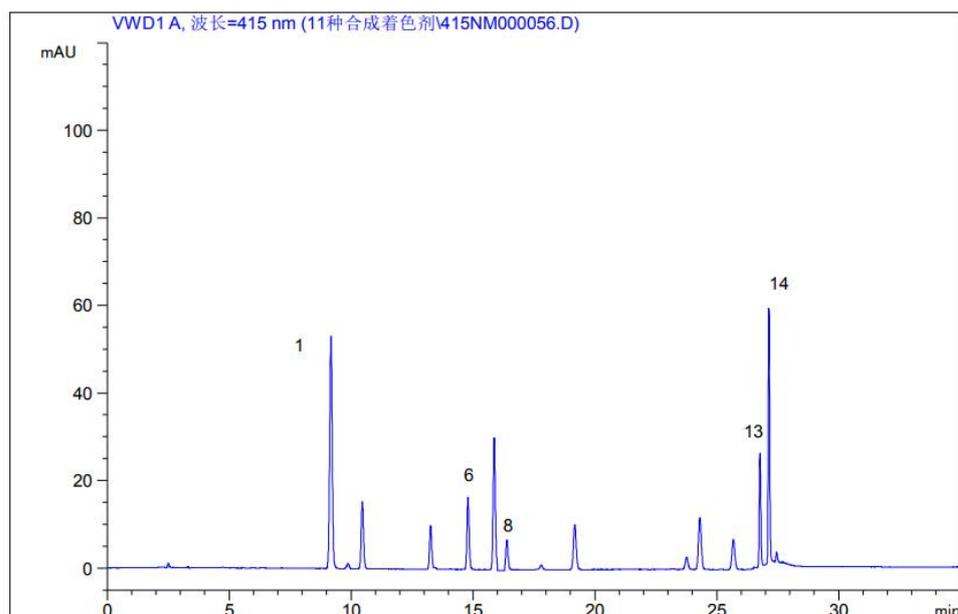
雪碧基质, 加标浓度 (20μg/L)						
名称	CH		A 品牌		B 品牌	
	回收率%	RSD% (n=5)	回收率%	RSD% (n=5)	回收率%	RSD% (n=5)

柠檬黄	96.38	1.32	90.18	2.41	97.10	2.00
喹啉黄	96.32	3.59	87.34	5.81	92.07	7.92
新红	92.91	2.97	91.35	4.12	94.68	2.01
苋菜红	99.11	1.87	93.96	3.98	95.40	5.02
胭脂红	96.92	2.12	92.91	3.19	80.82	6.86
日落黄	93.21	1.82	90.32	7.22	98.71	2.08
诱惑红	96.92	2.01	92.55	1.87	97.50	4.00
酸性红	99.05	3.98	89.21	6.00	89.99	2.98
赤藓红	87.84	4.01	75.87	4.78	74.08	8.02
靛蓝	90.88	4.89	88.41	4.21	89.59	3.94
亮蓝	94.98	3.01	93.23	1.09	98.49	2.09

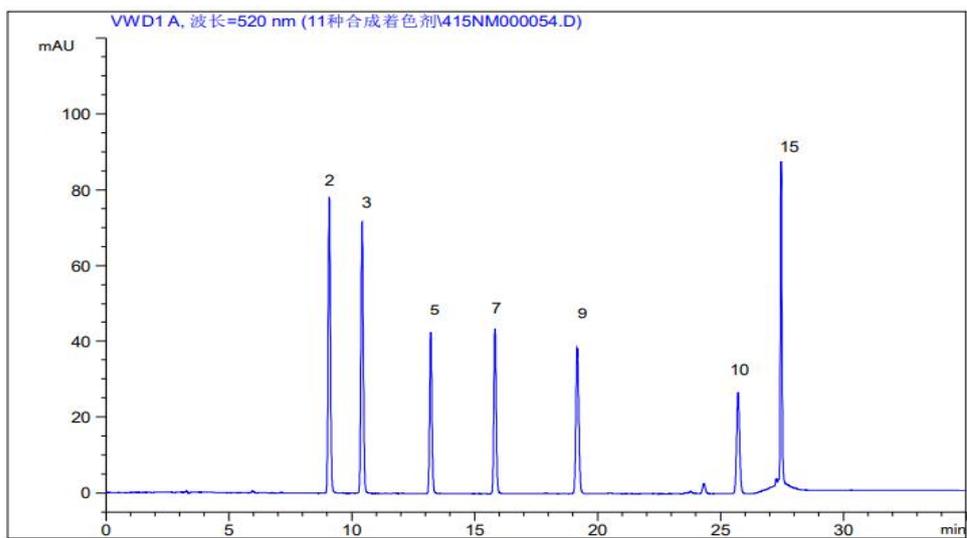
蛋糕基质，加标浓度（50 μ g/L）						
名称	CH		A 品牌		B 品牌	
	回收率%	RSD% (n=5)	回收率%	RSD% (n=5)	回收率%	RSD% (n=5)
柠檬黄	97.39	1.23	90.34	3.21	95.50	3.64
喹啉黄	94.88	2.13	86.50	3.98	91.42	4.23
新红	93.34	1.23	85.61	3.68	90.61	5.42
苋菜红	97.80	1.43	88.86	3.67	93.90	1.31
胭脂红	97.32	3.21	80.62	4.44	77.70	7.28
日落黄	97.27	2.10	89.90	2.35	95.01	2.53
诱惑红	97.61	2.10	90.41	5.34	95.82	2.37
酸性红	97.55	4.01	87.24	4.98	88.72	5.97
赤藓红	85.84	4.98	66.71	6.76	71.57	4.96
靛蓝	89.90	4.44	85.07	5.97	88.29	5.39
亮蓝	96.22	2.06	90.43	4.13	96.43	2.73

注：1. 喹啉黄回收率以 4 个峰总和计算，亮蓝回收率以 2 个峰总和计算。
 2. 所有基质中均无对应目标物检出

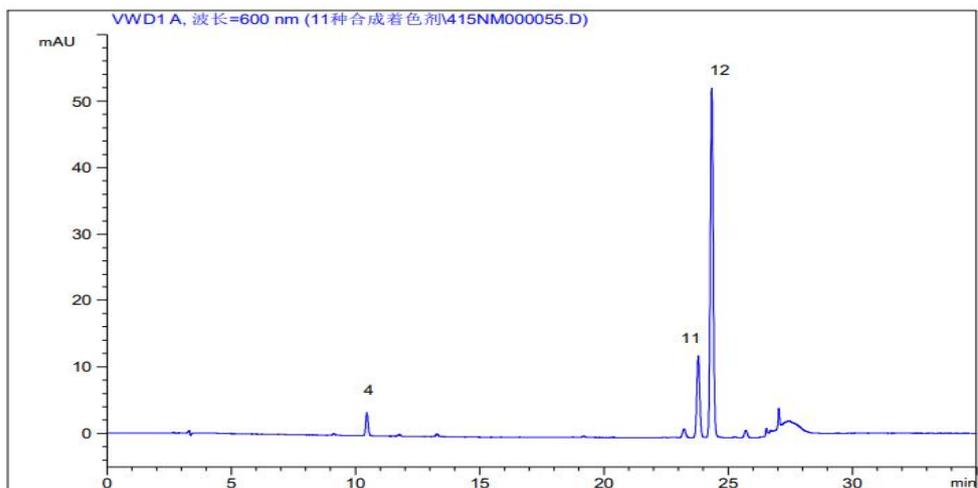
2.2 测试谱图



检测波长 415nm



检测波长 520nm



检测波长 610nm

说明:

1—柠檬黄; 2—新红; 3—苋菜红; 4—靛蓝; 5—胭脂红; 6—喹啉黄 1; 7—日落黄; 8—喹啉黄 2; 9—诱惑红; 10—酸性红; 11——亮蓝 1; 12—亮蓝 2; 13—喹啉黄 3; 14—喹啉黄 4; 15—赤藓红。

三、 结论:

1. CH WAX 150mg/6mL 固相萃取柱回收率在 85.84-99.11%之间, RSD%<5%。对比的另外两家, 部分物质回收率<75%, 且 RSD%>5.0。可见 CH WAX 固相萃取柱测试 11 种色素, 回收率优异, 稳定性强, 满足使用需求。
2. CH C18 AQ 色谱柱测试 11 种色素的峰形尖锐对称、分离度满足需求。