

# 凝胶制品中合成着色剂分析的样品前处理方法改进

李志斌\*, 周雪梅

(青海省产品质量监督检验所, 西宁 810008)

**摘要:** **目的** 对凝胶制品中4种合成着色剂柠檬黄、日落黄、苋菜红、胭脂红检测的样品前处理方法进行改进。**方法** 以国家标准 GB/T 5009.35-2003 规定的样品前处理方法为依据, 进行合成着色剂分析样品前处理方法的改进。**结果** 结果表明提取方法改进后可明显提高凝胶制品中4种着色剂的提取效率。**结论** 本法处理样品时, 解析分离步骤易于进行, 改变样品的预处理条件后, 其准确度、精密度仍很高, 重现性均符合分析要求, 可应用于实际检测工作中。

**关键词:** 凝胶制品; 着色剂; 样品前处理; 改进

## Improved method for sample pretreatment on detecting synthetic coloring agents in colloid products

LI Zhi-Bin\*, ZHOU Xue-Mei

(Qinghai Institute for Quality Supervision and Test of Products, Xining 810008, China)

**ABSTRACT: Objective** To improve the method of sample pretreatment on detecting 4 kinds of synthetic coloring agents, including tartrazine, sunset yellow, amaranth and new coccine in colloid products. **Methods** Based on GB/T 5009.35-2003 *Determination of synthetic colour in foods*, sample pretreatment of the synthetic coloring agents was improved. **Results** It showed that the improved method could obviously enhance extraction rate of 4 kinds of coloring reagents in colloid products, compared with GB/T 5009.35-2003. **Conclusion** Using the improved method, the analytical separate steps can be carried out easily in sample treating, and this method has the advantages of accuracy, precision and high reappearance for the determination of synthetic coloring agents in practical work.

**KEY WORDS:** colloid products; coloring agent; sample pretreatment; improve

## 1 引言

食用着色剂是现代化食品的重要添加剂, 在食品的色、香、味、形诸多要素中, 色居首位, 体现出食品的色调和色泽<sup>[1]</sup>。食品的色泽是由食品中能够发射不同波长的可见光物质产生的。消费者在判断食品

质量时, 常凭肉眼所见的颜色, 对其新鲜度、成熟度等做出判断, 因此着色剂成为食品工业中最常见的添加剂之一<sup>[2]</sup>。目前我国标准使用合成着色剂都有最大使用限量<sup>[3]</sup>, 因此, 准确测定食品中合成着色剂对食品安全具有重要意义。我国现行的检测标准<sup>[4]</sup>中, 合成着色剂检测是用聚酰胺吸附法提取, 此法对颗

\*通讯作者: 李志斌, 工程师, 主要从事产品质量检验工作。E-mail: qhxn-xia@163.com

\*Corresponding author: LI Zhi-Bin, Engineer, Qinghai Institute for Quality Supervision and Test of Products, Xining 810008, China. E-mail: qhxn-xia@163.com

粒度比较大、粘度比较小的食品检测效果非常好,但对含糖量高、粘度比较大的食品检测不够理想<sup>[5]</sup>,特别是对凝胶制品中部分着色剂的检测时,发现该标准方法有一定的局限性,主要反映在对需提取的色素提取效率不高等方面。在本文研究中分别对凝胶制品进行改进法和标准法的样品前处理,再对其中的柠檬黄、日落黄、苋菜红、胭脂红等4种着色剂进行含量检测,检测结果差异明显,用标准法进行前处理,色素无法充分提取,而用改进法制得的样品,其提取效率明显高于标准方法。

## 2 材料与方法

### 2.1 主要仪器

1100型高效液相色谱仪(美国安捷伦仪器有限公司),自动进样器,二极管阵列检测器(DAD);BSA224S-CW分析天平(0.0001g,赛多利斯科学仪器有限公司)。

### 2.2 试剂

实验所用标准品:柠檬黄 GBW(E)100001a、日落黄 GBW(E)100003a、苋菜红 GBW(E)100002a、胭脂红 GBW(E)100004a(中国计量科学研究院);

试剂:乙醇、聚酰胺粉、甲醇、甲酸、氨水、柠檬酸,均为分析纯(国药集团化学试剂有限公司);

样品:1#:含有柠檬黄、日落黄色素的凝胶制品样品;2#:含有苋菜红、胭脂红色素的凝胶制品样品。

### 2.3 色素标准溶液的配制(100 μg/mL)

准确称取柠檬黄、日落黄、苋菜红、胭脂红标准品各0.100g,置于100mL容量瓶中,加pH6水到刻度,配成水溶液(1.00mg/mL),然后分别吸取上述着色剂水溶液各5mL置于50mL容量瓶中,定容至刻度。

### 2.4 检测条件

流动相:乙酸胺溶液(2%);梯度洗脱:甲醇:20%~35%,3%/min;流速:1.0mL/min,柱温:25℃;二极管阵列检测器,波长:480nm

### 2.5 样品制备

#### 2.5.1 样品的前处理

##### (1)标准方法

用GB/T 5009.35-2003中9.1.3规定的方法处理样品,即称取10.0g样品,以30mL蒸馏水加热溶解,若样品pH较高,用柠檬酸溶液(200g/L)调节pH为4左右。加入1g聚酰胺粉吸附。然后用甲醇:甲酸

(V:V=6:4)洗脱天然色素。再用70℃水多次洗涤至流出水为中性。最后用(70%乙醇)乙醇:氨水(V:V=99:1)溶液分次解析出全部着色剂,收集全部解析液,于水浴上浓缩至2mL,移入5mL比色管中,用20%甲醇稀释至刻度<sup>[4,6]</sup>。

##### (2)改进方法

称取样品10g左右,放入200mL95%的乙醇溶液,浸泡10min并不断搅拌,置于70~80℃水浴,用95%的乙醇溶液反复浸出,合并浸出液,直到色素全部被洗脱下来,用200g/L的柠檬酸调节pH为4~5,加入1g聚酰胺粉吸附。然后用甲醇:甲酸(V:V=6:4)洗脱天然色素。再用70℃水多次洗涤至流出水为中性。最后用(70%乙醇)乙醇:氨水(V:V=99:1)溶液分次解析出全部着色剂,收集全部解析液,于水浴上浓缩至2mL,移入5mL比色管中,用20%甲醇稀释至刻度<sup>[7,8]</sup>。

#### 2.5.2 标准曲线的绘制

各吸取0.0、0.5、1.0、2.0、3.0、4.0mL柠檬黄、日落黄、苋菜红、胭脂红标准溶液,分别置于10mL比色管中加水至刻度,制得各自标准溶液。标准溶液分别上机测定其峰面积,再绘制出各自的标准曲线。将制备好的试样按照2.4检测条件分析。

## 3 结果与分析

### 3.1 精密度测试和回收率测试结果

分别取1#和2#样品按上述方法连续测定5次,柠檬黄测定平均值为0.023g/kg,相对标准偏差为0.55%;日落黄测定平均值为0.025g/kg,相对标准偏差为0.54%;苋菜红测定平均值为0.013g/kg,相对标准偏差为1.64%;胭脂红测定平均值为0.011g/kg;相对标准偏差1.60%。在样品中分别添加各自的标准溶液0.05、0.1mg/mL两种浓度各10mL,经过提取、吸附、解析等步骤,测定添加回收率<sup>[9]</sup>。结果见表1。

### 3.2 不同样品处理方法对结果的影响

分别采用改进法和标准法对同一样品进行前处理后再做检测,结果差异明显,见表2。

由表2中可以看出标准方法处理的样品,其检测结果的灵敏度较差。这可能是因为水不能把凝胶制品中含有的色素有效地提取出来,特别是存在大量胶体的果冻制品中,水对合成着色剂的提取极差,造成色素检测结果的显著偏低,影响到检测结果的真实性和准确性<sup>[10]</sup>。

表 1 测试结果( $n=5$ )  
Table 1 The test results ( $n=5$ )

凝胶制品样品	样重/g	本底值/(g/kg)		添加水平(g/kg)	测定值(g/kg)	回收率/%	
		样品本底值	RSD(%)			回收率/%	RSD(%)
1#柠檬黄	10.0024	0.023		0.05	0.070	95.9	
1#柠檬黄	9.1321	0.023		0.05	0.072	98.6	
1#柠檬黄	9.8968	0.024	0.55	0.05	0.072	97.3	0.94
1#柠檬黄	10.5396	0.024		0.1	0.123	99.2	
1#柠檬黄	10.3715	0.024		0.1	0.121	97.6	
1#日落黄	10.0024	0.025		0.05	0.072	95.9	
1#日落黄	9.1321	0.024		0.05	0.073	98.6	
1#日落黄	9.8968	0.026	0.54	0.05	0.074	97.3	0.94
1#日落黄	10.5396	0.024		0.1	0.123	99.2	
1#日落黄	10.3715	0.026		0.1	0.123	97.6	
2#苋菜红	9.1512	0.011		0.05	0.059	96	
2#苋菜红	10.0153	0.014		0.05	0.062	96	
2#苋菜红	10.6961	0.015	1.64	0.05	0.064	98	0.84
2#苋菜红	10.3568	0.014		0.1	0.111	97	
2#苋菜红	9.8947	0.012		0.1	0.109	97	
2#胭脂红	9.1512	0.010		0.05	0.059	98	
2#胭脂红	10.0153	0.011		0.05	0.062	95	
2#胭脂红	10.6961	0.012	1.60	0.05	0.064	103	0.99
2#胭脂红	10.3568	0.013		0.1	0.111	98	
2#胭脂红	9.8947	0.010		0.1	0.109	99	

表 2 两种样品处理方法测定结果比对( $n=5$ )  
Table 2 Comparison of 2 kinds of samples pretreatment methods ( $n=5$ )

方法	1#(g/kg)	2#(g/kg)
改进法	0.024	0.012
标准法	0.002	0.0015

注: 1#是柠檬黄和日落黄检测值的加和平均值, 2#是苋菜红和胭脂红检测值的加和平均值。

## 4 讨论

本文选择凝胶制品这种较复杂基质作为研究对象, 柠檬黄、日落黄、苋菜红、胭脂红 4 种具有代表性的偶氮类合成着色剂作为测试对象, 通过样品前处理方法的改进, 建立了凝胶制品中合成着色剂检测的 HPLC 方法, 解决了标准法提取色素效率不高、

检测灵敏度低的缺点<sup>[11,12]</sup>。采用本文所述的改进方法处理样品时, 解析分离步骤易于进行, 实验证明, 改变凝胶制品的预处理提取条件后, 其准确度、精密度仍很高, 重现性均符合分析要求, 通过回收率和精密度的实验确定了它的可靠性。这对于实际检测工作有积极的作用, 同时也为凝胶制品中测定合成着色剂提供了一定的参考。

## 参考文献

- [1] 阎炳宗. 食用着色剂发展趋势[J]. 食品科技, 2004, (2): 47-51.  
Yan BZ. Trends in Chinese food color industry [J]. Food Sci Technol, 2004, (2): 47-51.
- [2] 朱晓杰, 赵元晖. 着色剂及其肉制品中的应用[J]. 肉类研究, 2010, (11): 69-73.  
Zhu XJ, Zhao YH. Coloring agent and application in meat products [J]. Meat Res, 2010, (11): 69-73.

- [3] GB 2760-2011 食品添加剂使用标准[S].  
GB 2760-2011 Hygienic standards for use of food additives [S].
- [4] GB/T 5009.35-2003 食品中合成着色剂的测定[S].  
GB/T 5009.35-2003 Determination of synthetic colour in foods [S].
- [5] 沈丽. 果冻制品中着色剂检测方法的讨论[J]. 科技资讯, 2010, 5(25): 5  
Shen L. Study on determination of coloring agent in jelly products [J]. Sci Technol Inf, 2010, 5(25): 5
- [6] 唐俊, 曾凯. 食品中合成着色剂的测定[J]. 广州化工, 2011, 39(5): 120-121.  
Tang J, Zeng K. Determination of the synthetic colorants in foods [J]. Guangzhou Chem Ind, 2011, 39(5): 120-121.
- [7] 陈连梅, 周海珍, 曹艳云, 等. 固相萃取-HPLC 法同时测定肉制品中苋菜红、胭脂红、日落黄和诱惑红含量[J]. 肉类工业, 2014, (1): 33-35.  
Chen LM, Zhou HZ, Cao YY, *et al.* Simultaneous determination of amaranth, carmine, sunset yellow and allure red in meat products by solid phase extraction-high performance liquid chromatography [J]. Meat Ind, 2014, (1): 33-35.
- [8] 任云辉, 黄卫, 谢义梅. 聚酰胺吸附法测定食品中人工合成着色剂方法的改进[J]. 科教导刊, 2009, (9): 37-38  
Ren YH, Huang W, Xie YM. Determination of synthetic colour agent in food by polyamide chromatography [J]. Guid Sci Edu, 2009, (9): 37-38.
- [9] 刘昱麟, 尚艳娥. 粮食及其制品中合成着色剂检测方法的改进[J]. 北京轻工业学院学报, 2011, (1): 6-9  
Liu YL, Shang YE. Improvement of testing method of synthetic colors in cereal and their products [J]. J Beijing Technol Business Univ, 2011, (1): 6-9
- [10] 刘瑜, 赵颖, 金雁, 等. 果汁饮料中合成色素检测方法的改进[J]. 中国添加剂, 2011, (04): 185-188  
Liu Y, Zhao Y, Jin Y, *et al.* Improvement on the method of artificial color determination in fruit drinks [J]. China Food Addit, 2011, (04): 185-188.
- [11] 陆琦. 食品人工合成色素检测方法的改进[J]. 粮食与油脂, 2010, (10): 41-43  
Lu Q. Improvement of determination of synthetic colors in foods [J]. Cereal Oil, 2010, (10): 41-43
- [12] SN/T 1743-2006 食品中诱惑红、酸性红、亮蓝、日落黄的含量检测 高效液相色谱法[S].  
SN/T 1743-2006 Determination of allure red AC, carmosine, brilliant blue FCF, sunset yellow FCF in food-high performance liquid chromatographic method [S].

(责任编辑: 李振飞)

#### 作者简介



李志斌, 工程师, 主要从事产品质量检验工作。  
E-mail: qhxn-xia@163.com