

## 食品中 11 种合成着色剂的固相萃取方法 (Copure® PWAX)

着色剂具有改善食品色泽、增进人们食欲的作用，因其成本低、色泽鲜艳、着色力强、稳定性好等特点，在食品加工行业中被广泛应用。但食用合成着色剂常以苯、甲醛等化工产品为原料，经碘化、卤化等化合而成，易混入有毒有害物质，有潜在的毒性和致癌性。因此，各国对食品中合成着色剂的使用范围和使用限量都有严格的规定，GB 2760—2014《食品添加剂使用卫生标准》明确严格规定了合成色素的使用限量和范围。本实验开发了不同样品基质中合成着色剂测定的固相萃取方法，本法操作简便，回收率好，满足检测要求。

### 一、样品提取

#### 1.1 液体及部分固体试样（饮料类、果冻等）

称取试样 2 g 于 50 mL 离心管中，加入 25 mL 乙醇氨水溶液，涡旋 1 min，50 °C 超声提取 15 min，8000 转 / 分钟离心 5 min，取上清液置于 50 mL 离心管中，加入 15 mL 乙醇氨水溶液重复提取 1 次，离心后合并上清液，用乙醇氨水溶液定容至 50 mL，混匀后得提取液。准确吸取提取液 10 mL，50 °C 下氮气浓缩至 2 mL 左右，加入 10 mL 5% 甲醇水溶液溶解，混匀作为待净化液。

#### 1.2 含油量较大的试样（糕点、酱卤肉、薯片等）

称取试样 2 g 于 50 mL 离心管中，加入 20 mL 石油醚，涡旋 1 min，涡旋振荡 10 min，以 8000 转 / 分钟离心 5 min，弃去上清液，除尽石油醚溶剂，加入 25 mL 乙醇氨水溶液至除油试样中，涡旋 1 min，50 °C 超声提取 15 min，8000 转 / 分钟离心 5 min，取上清液置于 50 mL 离心管中，加入 15 mL 乙醇氨水溶液重复提取 1 次，离心后合并上清液，用乙醇氨水溶液定容至 50 mL，混匀后得提取液。准确吸取提取液 10 mL，50 °C 下氮气浓缩至 2 mL 左右，加入 10 mL 5% 甲醇水溶液溶解，混匀作为待净化液。

### 四、实验结果

加标回收实验结果

表 2 加标回收结果

目标物	回收率 %											
	果冻		百事可乐		菊花植物饮料		蛋糕		酱卤鸭翅根		薯片	
	3.0mg/kg	5.0 mg/kg	3.0 mg/kg	5.0 mg/kg	3.0 mg/kg	5.0 mg/kg	3.0 mg/kg	5.0 mg/kg	3.0 mg/kg	5.0 mg/kg	3.0 mg/kg	5.0 mg/kg
柠檬黄	99.6	96.6	94.9	96.4	90.1	99.9	91.1	98.9	85.1	92.4	95.5	92.1
新红	99.6	101	92.9	97.9	87.3	102	93.7	97.2	88.8	96.1	82.7	90.6
苋菜红	93.5	102	98.1	103	94.8	101	98.4	100	86.1	97.9	88.4	86.5
靛蓝	92.3	94.1	84.6	86.1	83.4	89.2	91.1	88.5	87.2	91.7	84.7	89.8
喹啉黄 1	101	97.1	97.7	102	96.2	103	96.1	94.8	87.3	94.6	89.9	84.9
胭脂红	98.5	104	97.5	101	90.2	97	98.4	101	93	100	84.1	87.1
日落黄	92.3	96.1	99.1	98.1	92.8	101	95.3	103	94.0	98.0	87.0	99.9
喹啉黄 2	86.9	92.4	96.6	99.4	87.7	94.1	97.6	94.2	86.0	97.2	82.9	97.7
诱惑红	92.3	96.7	92.5	99.6	88.1	95.9	92.8	96.9	89.7	96.9	95.1	100
酸性红	94.8	96.5	94	97.4	97.8	102	89.5	92.7	95.4	97.7	90.9	96.9
亮蓝	86.9	92.3	84.6	86.1	90.6	99.1	89.6	93.5	92.3	96.1	84.8	91.2
喹啉黄 3	87.2	96.8	95.5	103	86.4	93.6	75.2	77.8	82.5	94.9	84.5	88.5
喹啉黄 4	85.9	94.3	98.4	100	93.9	97.8	80.6	83.3	87.4	95.6	87.0	99.9
赤藓红	78.3	82.6	80.9	83.2	85.6	92.3	80.1	85.2	78.3	86.5	82.9	84.4

### 二、样品净化 (Copure® PWAX, 150mg/6mL)

活化：依次用 6mL 甲醇和 6mL 水活化；

上样：将上述待净化液过柱，弃掉流出液；

淋洗：依次用 6 mL 水和 6ml 甲醇淋洗，抽干小柱；

洗脱：6 mL 2% 氯化甲醇溶液洗脱，收集洗脱液，于 45 °C 氮吹仪浓缩至 0.3 mL 左右，加入乙酸铵溶液 (pH=9.0) 复溶至 2mL，涡旋混匀，过 PTFE 滤膜，上机。

### 三、仪器条件

仪器：液相色谱仪，ThermoFisher U3000

色谱柱：Agilent ZORBAX SB-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)

流动相：A: 0.02mol/L 乙酸铵溶液 B: 甲醇

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

流速：1.0 mL/min

柱温：30 °C

进样量：10 μL

检测器：紫外检测器

检测器波长范围：400~800 nm，柠檬黄、喹啉黄的测定波长为 415 nm；新红、苋菜红、胭脂红、日落黄、诱惑红、酸性红、赤藓红的测定波长为 520 nm；亮蓝、靛蓝的测定波长为 630 nm。

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0.01	90	10
12.0	65	35
19.0	55	45
22.5	50	50
23.0	45	55
24.0	35	65
34.0	35	65
35.0	90	10
42.0	90	10

标液、果冻、饮料、蛋糕、酱卤鸭翅根和薯片中着色剂色谱图

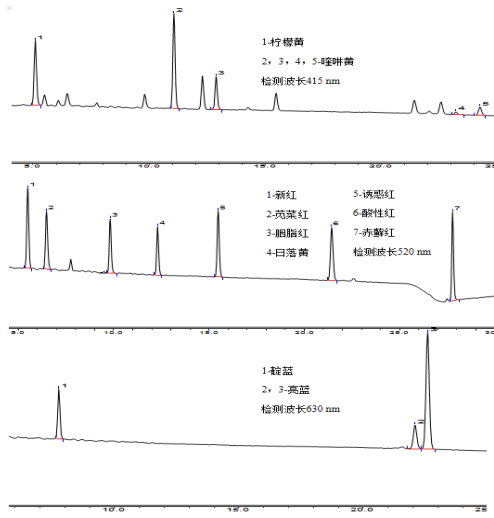


图 1 11 种合成着色剂标准溶液 (5.0 mg/kg) 色谱图

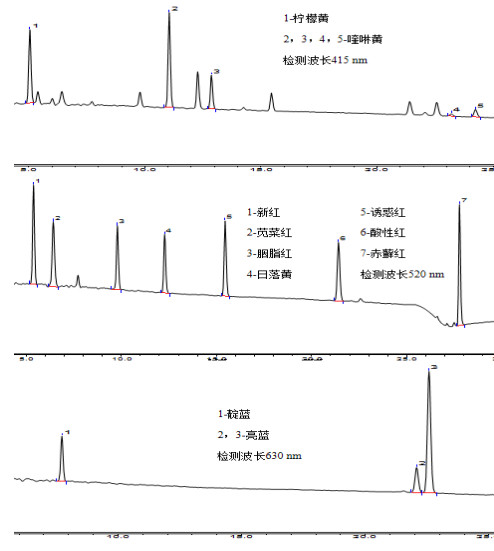


图 4 蛋糕添加水平 (5.0 mg/kg) 中 11 种着色剂色谱图

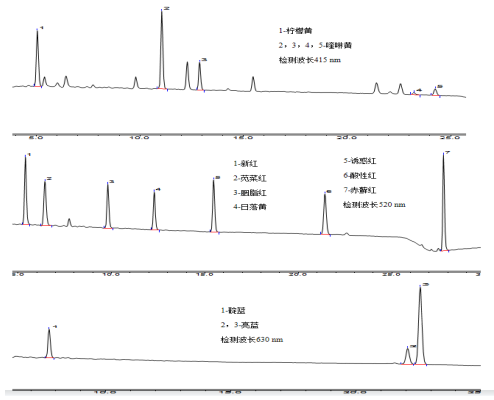


图 2 果冻添加水平 (5.0 mg/kg) 中 11 种着色剂色谱图

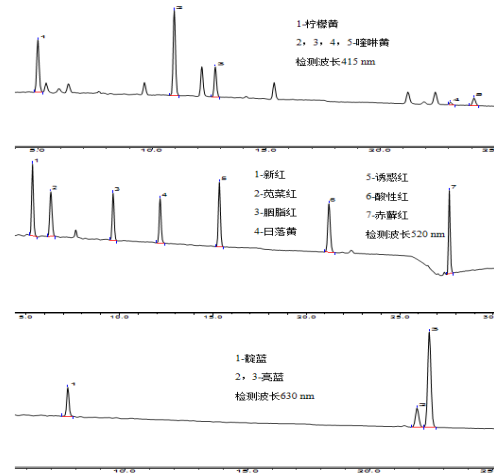


图 5 酱卤鸭翅根添加水平 (5.0 mg/kg) 中 11 种着色剂色谱图

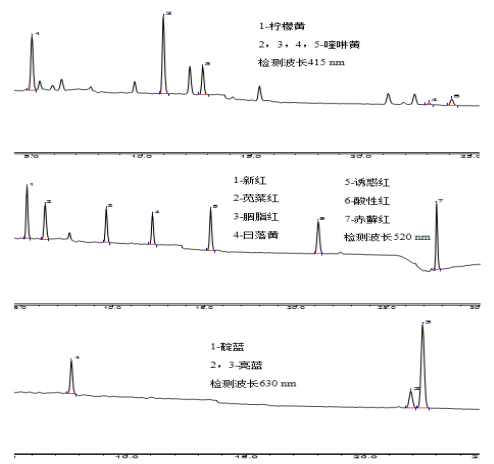


图 3 饮料添加水平 (5.0 mg/kg) 中 11 种着色剂色谱图

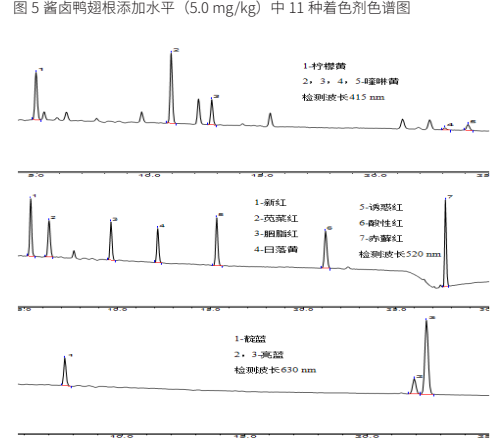


图 6 薯片添加水平 (5.0 mg/kg) 中 11 种着色剂色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COPWAX6150	Copure® PWAX 固相萃取柱, 150mg/6mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF250-22-PTFE-HL	PTFE 针式过滤器, 直径 25 mm, 孔径 0.22 μm, 亲水系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE / 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒