



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.141—2003
代替 GB/T 16346—1996

食品中诱惑红的测定

Determination of allura red in foods

MACY 美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 16346—1996《食品中诱惑红的测定》。

本标准按 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准起草单位：卫生部食品卫生监督检验所、河北省卫生防疫站、邯郸市卫生防疫站。

本标准主要起草人：杨祖英、李良学、焦淑婷、王平、贾丽华。

原标准于 1996 年首次发布，本次为第一次修订。


美析仪器
MACY INSTRUMENT
专业光度计系列生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

食品中诱惑红的测定

1 范围

本标准规定了食品中诱惑红的测定方法。

本标准适用于糖果包衣等食品中诱惑红的测定。

本标准的取样量为 10 g 时,检出限为 25 mg/kg。线性范围为 0 mg/L~12mg/L。

2 原理

诱惑红在酸性条件下被聚酰胺粉吸附,而在碱性条件下解吸附,再用纸色谱法进行分离后,与标准比较定性、定量。

3 试剂

3.1 石油醚:沸程 30℃~60℃。

3.2 甲醇。

3.3 聚酰胺粉(尼龙 6):200 目。

3.4 硫酸:1+10。

3.5 50 g/L 氢氧化钠。

3.6 海沙:先用盐酸(1+10)煮沸 15 min,用水洗至中性,再用氢氧化钠(50 g/L)煮沸 15 min,用水洗至中性,再于 105℃干燥,储于具塞瓶中保存,备用。

3.7 50%(体积分数)乙醇溶液。

3.8 乙醇-氨溶液:取 2 mL 的氨水,加 70%(体积分数)乙醇至 100 mL。

3.9 pH6 的水:用 20%的柠檬酸调至 pH6。

3.10 200 g/L 柠檬酸溶液。

3.11 100 g/L 钨酸钠溶液。

3.12 诱惑红的标准溶液:准确称取 0.025 g 诱惑红,加水溶解,并定容至 25 mL,即得 1 mg/mL。

3.13 诱惑红的标准使用溶液:吸取诱惑红的标准溶液 5.0 mL 于 50 mL 容量瓶中,加水稀释到 50 mL,即得 0.1 mg/mL。

3.14 展开剂

3.14.1 丁酮+丙醇+水+氨水(7+3+3+0.5)。

3.14.2 正丁醇+无水乙醇+1%氨水(6+2+3)。

3.14.3 2.5%柠檬酸钠+氨水+乙醇(8+1+2)。

4 仪器

4.1 可见分光光度计。

4.2 微量注射器,10 μL、50 μL。

4.3 展开槽。

4.4 电吹风机。

4.5 滤纸:中速滤纸,纸色谱用。

4.6 恒温水浴锅。

4.7 台式离心机。

5 分析步骤

5.1 试样的处理

5.1.1 汽水:将试样加热去二氧化碳后,称取 10.0 g 试样于烧杯中,然后用 20% 柠檬酸调 pH 呈酸性,加入 0.5 g~1.0 g 聚酰胺粉吸附色素,将吸附色素的聚酰胺粉全部转到漏斗中过滤,用 pH4 的酸性热水洗涤多次(约 200 mL),以洗去糖等物质。若有天然色素,用甲醇-甲酸溶液洗涤 1 次~3 次,每次 20 mL,至洗液无色为止。再用 70℃ 的水多次洗涤至流出液中性。洗涤过程必需充分搅拌然后用乙醇-氨水溶分次解吸色素,收集全部解吸液,于水浴上驱除氨,蒸发至 2 mL 左右,转入 5 mL 的容量瓶中,用 50% 的乙醇分次洗涤蒸发皿,洗涤液并入 5 mL 的容量瓶中,用 50% 的乙醇定容至刻度。此液留作纸色谱用。

5.1.2 硬糖:称取 10.0 g 的已粉碎的试样,加 30 mL 的水,温热溶解,若试样溶液的 pH 值较高,用柠檬酸溶液(3.10)调至 pH4 左右。以下按“5.1.1 汽水”中“加入 0.5 g~1.0 g 加聚酰胺粉吸附……”起操作。

5.1.3 糕点:称取 10.0 g 已粉碎的试样,加入 30 mL 石油醚提取脂肪,共提三次,然后用电风吹干,倒入漏斗中,用乙醇-氨解吸色素,解吸液于水浴上蒸发至 20 mL,加入 1 mL 的钨酸钠溶液沉淀蛋白,真空抽滤,用乙醇-氨解吸滤纸上的诱惑红,然后将滤液于水浴上挥去氨,调 pH 呈酸性,以下按“5.1.1 汽水”中“加入 0.5 g~1.0 g 聚酰胺粉吸附色素……”起操作。

5.1.4 冰淇淋:称取 10.0 g 已均匀的试样于烧杯中,加入 20 g 海沙 15 mL 石油醚提去脂肪,提取 2 次,倾去石油醚,然后在 50℃ 的水浴上挥去石油醚,再加入乙醇-氨解吸液解吸诱惑红,解吸液倒入 100 mL 的蒸发皿中,直至解吸液无色。将解吸液于水浴上挥去乙醇,使体积约为 20 mL 时,加入 1 mL 硫酸(1+10),1 mL 钨酸钠溶液沉淀蛋白,放置 2 min,然后用乙醇-氨调至 pH 呈碱性,将溶液转入离心管中,5000 r/min,离心 15 min,倾出上清液,于水浴上挥去乙醇,然后用柠檬酸溶液(3.10)调 pH 呈酸性,以下按“5.1.1 汽水”中“加入 0.5 g~1.0 g 聚酰胺粉吸附……”起操作。

5.2 定性

取色谱用纸,在距底边 2cm 起始线上分别点 3 μL~10 μL 的试样处理液、1 mL 色素标准液,分别挂于盛有 3.14.1、3.14.2、3.14.3 展开剂的展开槽中,用上行法展开,待溶剂前沿展至 15 cm 处,将滤纸取出空气中晾干,与标准斑比较定性。

5.3 定量

5.3.1 标准曲线的制备

吸取 0.0、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0 mL 诱惑红标准使用液,分别置于 10 mL 比色管中,各加水稀释到刻度。用 1 mL 比色杯,以零管调零点,于波长 500 nm 处,测定吸光度,绘制标准曲线。

5.3.2 试样的测定

取色谱用纸,在距离底边 2 cm 的起始线上,点 0.20 mL 试样处理液,从左到右点成条状。纸的右边点诱惑红的标准溶液 1 μL,依法展开,取出晾干。将试样的色带剪下,用少量热水洗涤数次,洗液移入 10 mL 的比色管中,加水稀释至刻度,混匀后,与标准管同时在 500 nm 处,测定吸光度。

6 结果计算

试样中诱惑红的含量按下式计算:

$$X = \frac{A \times 1000}{m \times \frac{V_2}{V_1} \times 1000}$$

式中:

X——试样中的诱惑红的含量,单位为克每千克(g/kg);

A ——测定用试样处理液中诱惑红的量,单位为毫克(mg);

m ——试样的质量,单位为克(g);

V_1 ——试样解吸后总体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——试样纸层析用体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留二位有效数字。

7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。