

饮料中赤藓红的测定方法

孙丽明 本溪市卫生防疫站 (117000)

杨桂芳 本溪市药品检验所 (117000)

赤藓红, 学名: 四碘荧光素钠。^[1]耐热、耐碱、耐还原性好; 耐光、耐酸性差, 在酸性中可发生沉淀或褪色。^[2]最大使用量为 0.05 g/kg, ^[3]ADI 为 0~0.1mg/kg。

目前, 对赤藓红的检验尚无标准方法, 本文报导了食品中赤藓红的测定方法。

1 材料与方

1.1 试剂

正丁醇 + 无水乙醇 + 1% 氨水 (6+2+3)

赤藓红标准溶液 (以商品色素为 100% 计): 精确称取商品赤藓红 0.100g, 用 pH6 的水溶解, 移入 100mL 容量瓶, 加水稀释至刻度。此溶液含赤藓红为 1.0 mg/mL。临用时以 pH6 的水 10 倍稀释成含赤藓红为 0.1mg/mL 的标准使用溶液。

1.2 仪器

UV-265 FW 分光光度计 (日本岛津)

721 型分光光度计 (上海第三分析仪器厂)

1.3 操作方法

样品处理 吸取 50mL 样品于 125mL 分液漏斗中, 调节 pH 为 6, 加 5% 三正辛胺正丁醇溶液 10~20mL, 振摇, 再加入 10mL 饱和硫酸钠溶液, 振摇, 待分层后放下层溶液于另一分液漏斗中, 再加 5%

三正辛胺正丁醇溶液 10~20mL, 振摇, 分层提取有机相, 重复操作 1 次, 合并有机相于蒸发皿中, 于水浴上蒸发浓缩至 10mL, 移至分液漏斗中, 用正丁醇洗涤蒸发皿, 并入分液漏斗中, 加入 50mL 正己烷, 振摇, 用 2% 氨水反萃取 3 次, 每次 5mL, 合并氨水层用正己烷洗涤, 然后于水浴上驱氨浓缩, 以 50% 乙醇定容至 5mL。

定性与定量 取层析滤纸, 按 GB 5009.35-85 规定操作,^[4]与标准斑点比较定性, 如 Rf 值相同即为同一色素。将纸色谱的条状色斑剪下, 用少量热水洗涤数次, 移入 10mL 比色管中, 加水至刻度, 比色定量。

标准曲线的制备 分别吸取 0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1.0mL 赤藓红标准使用溶液于 10mL 比色管中, 加水至刻度。用 1cm 比色杯, 以水调零于 526nm 波长处测定其吸光度, 绘制标准曲线。同时测定样品。

计算

$$X = \frac{A \times 1000}{V \times \frac{V2 \times 1000}{V1}}$$

式中: X- 样品中赤藓红的含量 (g/L);

A- 测定用样品中赤藓红的质量 (mg);

V- 吸取样品体积 (mL);

V1- 样品提取液总体积 (mL);

V2- 点样用样品液的体积 (mL)。

* 1990 年 FAO/WHO 食品添加剂联合专家委员会第 37 次会议定为 ADI= 0~0.1mg/kg。

2 结果与讨论

2.1 测定范围及检出限

12点的标准曲线 $r=0.9996$, 6点的标准曲线 $r=0.9999$ 。以12点标准曲线求出最佳测定范围是 $0.0004\sim 0.036\text{g/L}$ 。检出限为 0.0004mg 。最低检出浓度为 0.008g/L 。

2.2 精密度与准确度

连续测定添加 0.02g/L 赤藓红的碳酸饮料5次, 其 $\bar{x}=0.0191\text{g/L}$, $S=0.0003$, $R\cdot S\cdot D(\%)=\pm 1.46$, 回收率为 $93.8\sim 97.2\%$, 平均回收率为 95.7% 。

2.3 在本试验条件下赤藓红的 R_f 为 0.61 , 6种混合色素中赤藓红的 R_f 值最大, 能与其它5种色素完全分离。

3 小结

本文报导的液—液分配法测定赤藓红, 其精密度、准确度均符合定量分析要求, 且方法简单, 不需特殊仪器, 宜于推广。

(本文承蒙本溪市卫生防疫站于敬礼主管检验师指导与帮助, 特此致谢。)

4 参考文献

- 1 中国医药公司上海化学试剂采购站编. 试剂手册. 第2版. 上海: 上海科学技术出版社, 1985; 1139
- 2 凌关庭. 等. 食品添加剂手册(上册). 北京: 化学工业出版社, 1989; 237
- 3 中国预防医学科学院标准处编. 食品卫生国家标准汇编(2). 北京: 中国标准出版社, 1992; 14
- 4 中华人民共和国国家标准. 食品卫生检验方法(理化部分). 北京: 中国标准出版社, 1986; 128

合锦菜中苯甲酸钠来源的探讨

马呈珠 张 理 庄桂东
李 文 李 娟

山东省卫生防疫站 (250014)

薄层层析法测定样品中苯甲酸钠是个简便易行、灵敏度较高的分析方法。但在测定合锦菜中苯甲酸钠含量时发现存在假阳性问题。

1 材料

1.1 样品 26份, 其中合锦菜9份、合锦菜汤2份、白糖蒜1份、合锦菜原料5份(腌莴笋2份、腌芥兰1份、腌黄瓜2份)、合锦菜添加物5份(味精、核桃仁、花生仁、鲜姜)。

1.2 样品对照 市售鲜莴笋1份、洗净切细后用食盐腌制2h 1份、市售白糖1

份、大蒜1份、糖醋蒜1份。

1.3 测定方法^[2, 3]

2 结果与讨论

26份样品中苯甲酸钠检验结果见表1。对9份样品进行确证试验(鲜姜、腌芥兰、咸菜水、合锦菜、鲜莴笋、腌莴笋、大蒜、糖醋蒜、糖蒜)结果除鲜莴笋和腌制2h的莴笋苯甲酸钠阴性外, 其余皆阳性。

从检验结果可以看出, 厂家多年使用的咸菜水、咸菜水腌的咸菜中均有苯甲酸钠检出。未经腌制和临时腌制的鲜莴笋中