

导数光谱法测定食品中合成食用色素的研究

刘春霞^{*} 赵尔刚^{**} 张学东^{***}

摘要 应用导数光谱法,对食品中合成食用色素测定方法进行了研究,该法具有快速、简便、稳定性好等特点。最低检测浓度 1ug/ml,在食品中回收率 95.5 ~ 98.1% 之间,变异系数 0.86 ~ 1.01%。

目前我国普遍使用的合成食用色素有亮蓝、柠檬黄、胭脂红、苋菜红、日落黄等。近年来国内外均有文献报导色素测定方法。如双波长分光光度法^[1]、示波极谱法^[2]、导数光谱法^[3、4、5、6]及被国家标准方法所采用的分光光度法^[7]。本文研究用一、二阶导数光谱法系统全面地测定食品中合成食用色素,并用数理统计方法给出了色素的回归方程、相关系数等数据,为食品中食用色素的测定提供了快速、简便、准确的方法,以适于食品卫生监督及司法鉴定的需要。

1 材料和方法

1.1 仪器与主要试剂

UVIKON—810 型双光束紫外/可见分光光度计(北京第二光学仪器厂)

GW—0520DH 微机(北京)

石油醚、乙醇、钨酸钠、聚酰胺(200目)、氨、pH5 醋酸盐缓冲溶液^[7],试剂均为 AR 级。

苋菜红、亮蓝、柠檬黄、日落黄、胭脂红由上海染料化学研究所生产为企业标准。

1.2 导数光谱测定条件

扫描区间 350 ~ 700nm,扫描速度

200nm/min,导数光谱零阶、1阶、2阶、微分波长差 4nm,峰值灵敏度 0.5%(零阶光谱 5%),横轴扩展因子 6%(亮蓝 10%),狭缝 2nm,响应时间 2 sec,纸速 50nm/cm。

1.3 分析步骤

1.3.1 合成食用色素储备液 分别精确称量上述色素 0.010g,用 2ml 蒸馏水溶解,然后加入 pH5 醋酸盐缓冲溶液,定容后制备成 100ug/ml 储备液。

1.3.2 饮料 量取 50.00ml 果汁或汽水等饮料,置 100ml 烧杯中,水浴加热 80℃ 驱除二氧化碳(果汁可不用加热处理)。

1.3.3 酒类 量取配制 50.0ml,置烧杯中,水浴加热除去乙醇。

1.3.4 糕点 奶蛋制品称量 10.0 ~ 50.0g,捣碎后加 30~40ml 石油醚提取三次,用乙醇—氨溶液提取色素,用稀硫酸调制 pH2,加 1ml 10% 钨酸钠溶液,过滤,收集滤液。

1.3.5 糖果 将糖果粉碎后称取 10.0g,加 40ml 温水溶解,用 20% 柠檬酸溶液调至 pH4~5; 奶糖用温水溶解,加 30~40ml 石油醚提取二次,加 1ml 10% 钨酸钠溶液,过滤,然后用 20% 柠檬酸溶液调至 pH4~5。

1.3.6 吸附分离 取上述提取液用聚酰胺在 pH4 柠檬酸中吸附后,用乙醇—氨液解脱色素,水浴驱氨,用 pH5 醋酸盐缓冲溶液定

* 吉林省通化市卫生防疫站 (134001)

** 吉林省通化市公安局 (134001)

*** 吉林省辉南县食品卫生监督检验所 (135100)

容于 10ml 容量瓶中。

2 结果和讨论

2.1 合成食用色素吸收光谱的选择

分取(五种合成食用色素)样品适量,加入 2ml 醋酸盐缓冲溶液,加水至 10ml,按 1.2 测定条件,其结果见图 1、表 1。

合成食用色素	符号	分子式	零阶光谱	一阶导数光谱极值		二阶导数光谱极值	
				峰	谷	峰	谷
亮 蓝 Brilliant Blue	B ₁	C ₃₇ H ₃₄ N ₂ Na ₂ O ₉ S ₃	629	615	645	605	630
柠檬黄 Tartrazine	Y ₄	C ₁₆ H ₉ N ₄ Na ₃ O ₉ S ₃	427	374	483	495	
日落黄 sunset Yellow	Y ₅	C ₁₆ H ₁₀ N ₂ Na ₂ O ₇ S ₃	481	464	523	532	475 520
苋菜红 Amaranth	R ₂	C ₂₀ H ₁₀ N ₂ Na ₃ O ₁₀ S ₃	520	482	575	589	
胭脂红 New Coccine	R ₁₀₂	C ₂₀ H ₁₁ N ₂ Na ₃ O ₁₀ S ₃	507	473	554	575	520

^{*} 溶剂: PH5 NaAc— — HAc 缓冲溶液。

由图可见,柠檬黄和日落黄在 400—500nm 区间有相似的吸收;苋菜红和胭脂红系同分异构体吸收峰相近。五种合成食用色素普通光谱均相互重叠,选用一阶导数光谱测定后,色素峰谷极值明显区别,选择适当的峰谷极值可对混合色素进行同时测定^[6]。选用二阶导数光谱测定时对五种色素分辨率有所提高,微分波长差低于 16nm,光谱噪声大无合适定量峰,用微机进行最小二乘步骤拟合数据子集处理后,导数光谱平滑取得好的效果,但需软件处理程序,且不易普及。本文用国产分光光度计内存导数光谱处理程序直接做一阶导数光谱测定,比较二阶导数光

谱^[3]结果,操作简便,有很好的定性定量条件。

2.2 其它辅料影响

食品中一般含有色素 1 至 2 种,其它组分淀粉、植物油等辅料在可见区无吸收或有弱吸收,脂肪通过有机溶剂提取可分离,少量脂肪、油脂等经求导后的一阶导数、二阶导数光谱曲线可排除。

2.3 pH 影响

合成食用色素在酸性条件下稳定;在硷性介质中不稳定,容易改变颜色或褪色,不能用于定量分析。本文选择 pH5 醋酸盐缓冲溶液为介质,食用色素有较大吸收且稳定。

合成食用色素	标准曲线	相关系数	测定波长	线性范围	卫生标准限量 g/kg
亮 蓝	Dmm=2.76C+1.2	0.9998	615(+)	0~20ug/ml	0.025
柠檬黄	Dmm=3.64C—0.6	0.9998	483(-)	0~30ug/ml	0.1
	Dmm=2.41C+0.2	0.9997	374(+)		
日落黄	Dmm=3.81C+1.7	0.9997	523(-)	0~30ug/ml	0.1
苋菜红	Dmm=2.72C+0.2	0.9999	575(-)	0~30ug/ml	0.05
胭脂红	Dmm=3.04C+0.6	0.9995	473(+)	0~30ug/ml	0.05
	Dmm=2.78C+0.5	0.9998	554(-)		

2.4 标准曲线绘制

分取食用色素储备液适量,加入醋酸盐缓冲溶液 2ml,加蒸馏水至 10ml 的标准溶

液。选择日落黄等五种色素适宜波长测定一阶导数光谱结果见表 2。

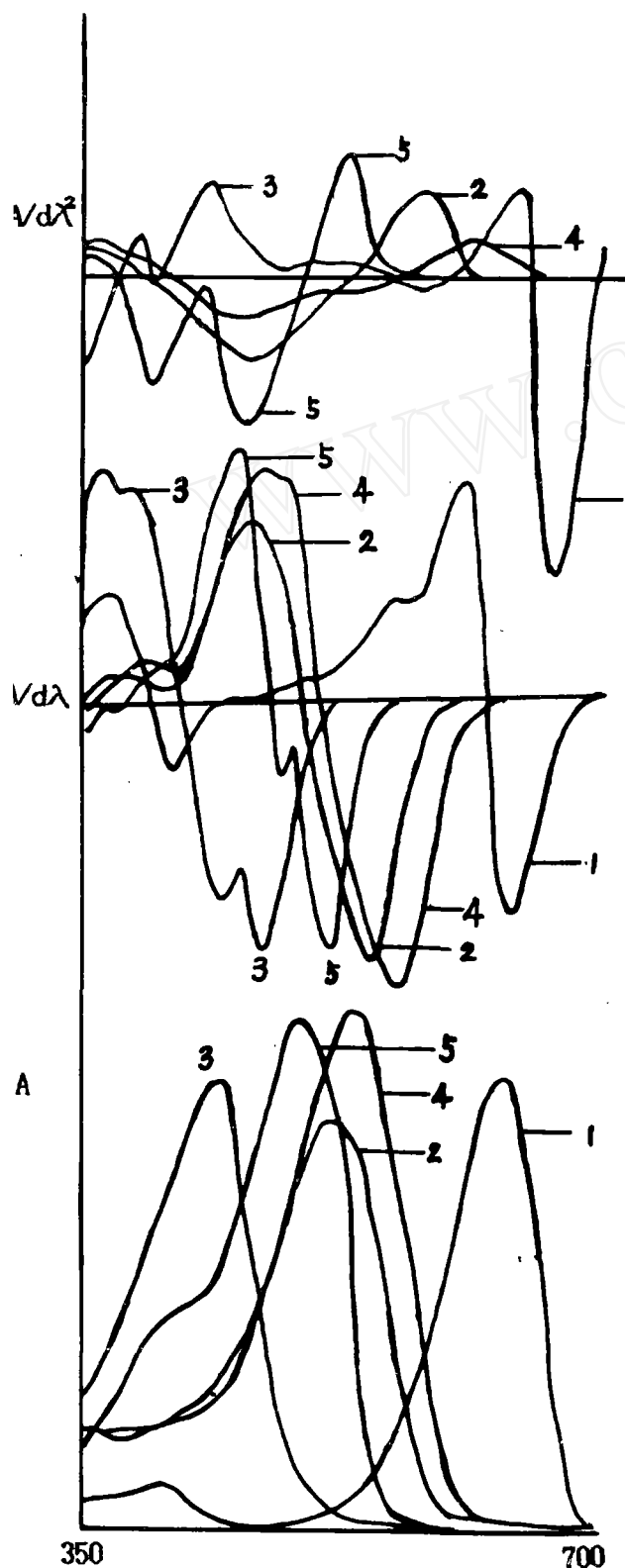


图1 合成食用色素吸收光谱
1. 亮蓝 2. 胭脂红 3. 柠檬黄
4. 苋菜红 5. 日落黄

2.5 食品中色素分析结果

分别取奶糖、酥糖、汽水、果子露、薄荷酒、寿糕、香槟等含有1~2种合成食用色素的食品,按上述1.3.2~1.3.6分析步骤处理各种食品样品。其中取果子露、汽水、薄荷酒、香槟各50ml,取糕点20g,取奶糖、酥糖10g。

分别将上述样品提取液用聚酰胺在pH4柠檬酸中吸附色素,然后加入5ml乙醇—氨溶液解脱色素,水浴驱氨,用pH5醋酸盐缓冲溶液定容于25ml容量瓶中。

2.5.1 样品中色素导数光谱 果子露中日落黄在523nm处有吸收谷,汽水中柠檬黄在483nm处有吸收谷,香槟中胭脂红在554nm处有吸收谷,选择上述吸收谷位置做为测定波长,量取振幅代入表2的回归方程计算出色素含量见表3。

2.5.2 样品中混合色素导数光谱 薄荷酒、寿糕中分别含有亮蓝和柠檬黄、亮蓝和日落黄,由图1可知,亮蓝的一阶导数光谱极小值645nm处与日落黄极大值464nm,柠檬黄374nm处均不干扰,因此可以在上述波长同时测定薄荷酒、寿糕中的亮蓝、日落黄、柠檬黄合成食用色素;奶糖中胭脂红和柠檬黄、酥糖中的苋菜红和柠檬黄,虽然一阶导数光谱460~480nm区间内都有吸收值,而在530~590nm区间柠檬黄为一直线不干扰苋菜红和胭脂红的测定,本文选择554nm极小值处测定胭脂红,575nm极小值处测定苋菜红,然后在374nm处减去吸收很弱的苋菜红和胭脂红振幅值,得到柠檬黄的含量,达到同时测定苋菜红和柠檬黄、胭脂红和柠檬黄的目的,结果见表3。

通过图1,可见胭脂红和苋菜红的二阶导数光谱的极大值575nm、589nm,互不干扰,可做为混合色素同时测定波长,由于篇幅所限,不再叙述。对于混合合成食用色素的测定,可根据图1找到不干扰的其中一种色素

测定波长,将测得振幅通过回归方程计算含量,然后利用振幅差减求出另一种色素的含量。

2.6 回收率的测定

取空白糕点、糖果、酒类、饮料等食品各3份,另取含有食用色素样品各2份,添加食用色素5~15 μ g,按1.3分析步骤。用一阶导数光谱测定结果用表2中回归方程计算回收率在95.5~98.1%之间,变异系数0.86~1.01%(n=5)。其结果见表4。

表3 食品中合成食用色素测定结果

				色素含量(μ g/g)
奶 糖	5	通化	胭脂红	1.9
			柠檬黄	2.4
汽 水	10	通化	柠檬黄	6.8
果子露	5	沈阳	日落黄	4.3
薄荷酒	5	上海	亮 蓝	5.8
			柠檬黄	4.1
寿 糕	6	通化	亮 蓝	6.5
			日落黄	3.5
酥 糖	4	通化	苋菜红	2.1
			柠檬黄	0.9
香 槟	5	通化	胭脂红	8.4

注:食用色素含量测定结果为样品数平均值。

表4 食用色素回收率测定结果 n=5

食用色素	国家标准 UDC	食品及取量	添加色素(μ g)	平均回收率	SD	CV
亮 蓝	GB 7655-87	奶糖 5g	5	98.1	0.99	1.01
		酒类 10ml				
日落黄	GB 6227-86	糕点 10g	10	96.4	0.89	0.92
		饮料 10ml				
柠檬黄	GB 4481-84	酒类 10ml	10	95.5	0.82	0.86
		糖果 5g				
胭脂红	GB 4480-84	糕点 10g	15	96.1	0.86	0.89
		饮料 10ml				
		糕点 10g				
苋菜红	GB 4479-84	饮料 10ml	15	96.9	0.92	0.95
		糖果 5g				
总 计	(每种食品5次测定)			96.6	0.90	0.93

参 考 文 献

〔1〕潘承荣.双波长分光光度法测定食品色素的方法研究.分析化学 1983;11(3):218.

〔2〕栾秀坤,等.合成食用色素胭脂红的示波极谱测定.分析化学 1987;15(5):443.

〔3〕张雅育,等.二阶导数光谱法测定不透明胶囊中苋菜红与胭脂红混合色素的含量.药物分析杂志 1985;5(5):299.

〔4〕赵尔刚.用导数光谱法分析合成食用色素.全

国公安院校首届刑事技术学术研讨会论文集.第一版.北京:警官教育出版社 1991:348.

〔5〕A. F. Fell, J. G. Allan. Anal. Proc. 1981:348.

〔6〕赵尔刚,等.一阶导数光谱法直接测定药用糖衣、胶囊中柠檬黄和胭脂红混合色素的含量.光谱仪器与分析 1992;1:33.

〔7〕中华人民共和国国家标准.食品卫生检验方法(理化部分).第一版.北京:中国标准出版社.1985:127~129.