

实验技术和方法

示波极谱法在食品合成食用色素测定中的应用

宋 新 纪双利 杨 丽 李新波

(河南省鹤壁市疾病预防控制中心, 河南 鹤壁 458030)

摘 要:目的 探讨示波极谱法对食品合成食用色素测定的应用效果。方法 采用示波极谱法测定了常见的苋菜红、胭脂红、日落黄、柠檬黄和亮蓝 5 种合成食用色素的最低检出量和检出浓度、标准曲线线性范围、加标回收率。结果 5 种食用色素的回收率在 88.6 % ~ 101.3 % 之间;结合样品进行示波极谱法与高效液相色谱法(HPLC)两种测定方法的对比实验。通过 F 检验与 t 检验,验证了示波极谱法和 HPLC 法两种测定结果的差异无统计学意义。结论 示波极谱法测定食品中合成食用色素,灵敏度高、精密度好、操作简便快速,适合在基层疾控检测工作中普及应用。

关键词:食品着色剂;示波极谱法;色谱法,高压液相

Application of Oscillopolarography in Synthetic Food Colorants Determination

SONG Xin, JI Shuang-li, YANG Li, LI Xin-bo

(Henan Municipal Center for Disease Control and Prevention, Henan Hebi 458030, China)

Abstract: **Objective** To investigate the oscillopolarography synthetic food colorants on the determination of the application. **Method** Oscillopolarography common vegetables red, carmine, sunset yellow, lemon yellow and bright yellow synthesis of five kinds of food coloring agent, a minimum concentration of detection and detection, the standard curve linear range, plus recovery experiment. **Results** Five kinds of components measured in the recovery rate between 88.6 % - 101.3 %; combination oscillopolarography samples with high-performance liquid chromatography (HPLC) method of comparing the two tests. Through the F test and t test basis, verify scillopolarography HPLC method and the results of the two measured no significant difference. **Conclusion** Oscillopolarography synthetic colorants in foods, high sensitivity, good precision, easy to operate fast, suitable for detection of disease control at the grass-roots work generalizable.

Key words: Food Coloring Agents; Oscillopolarography; Chromatography, High Pressure Liquid

在本地区 2008 年的食品污染检测项目中,对熟肉制品中合成食用色素用示波极谱法进行了测定。测定中,对苋菜红、胭脂红、日落黄、柠檬黄和亮蓝 5 种合成食用色素分别进行了最低检出量和检出浓度、标准曲线线性范围、加标回收率的有关实验。5 种食用色素回收率均在河南省疾控中心规定的 85 % ~ 115 % 范围内^[1]。随后又用高效液相色谱(HPLC)法重复测定了部分样品。对部分表层色素类的豆果样品,同时进行了两种测定方法的比对实验。通过 F 检验和 t 检验,验证了示波极谱法和 HPLC 法两种测定结果的差异无统计学意义。

1 材料与方法

1.1 试剂与仪器

1.1.1 试剂 底液 A:磷酸盐缓冲液;底液 B:乙酸盐缓冲液;200 g/L 柠檬酸溶液;乙醇-氨溶液;苋菜

红、胭脂红、日落黄、柠檬黄和亮蓝 5 种标准溶液(浓度均为 0.50 mg/ml 购于国家标准物质研究中心);10.0 μ g/ml 食用色素标准使用溶液。

1.1.2 仪器 MP-2 型微机极谱仪(山东电讯七厂产品),常用玻璃仪器,SY-4000 型高效液相色谱仪(北京分析仪器厂产品),KNAUER-1001 输液泵与 K-1500 溶剂组织器组成的四元低压梯度洗脱系统,KNAUER-2501 紫外检测器。

1.2 测定方法

1.2.1 极谱条件 滴汞电极,三电极制,底液 A 的初始扫描电位为 -0.20 V,终止扫描电位为 -0.90 V;底液 B 的初始扫描电位为 0.0 V,终止扫描电位为 -1.0 V。

1.2.2 标准溶液的测定 吸取 0, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00 标准使用液,分别加入 10 ml 比色管中,加入 5.00 ml 磷酸盐缓冲液,用于测定苋菜红、胭脂红、日落黄;测定柠檬黄和亮蓝则加入 5.00 ml 乙酸盐缓冲液。最后用水定容至 10.0 ml (浓度分别是 0,

作者简介:宋 新 男 副主任技师

0.50 ,1.00 ,2.00 ,3.00 ,4.00 μg/ml) ,混合均匀后上机测定。(0 管为试剂空白溶液)。

1.2.3 样品处理与测定 称取熟肉制品的试样10.00 g,按照国家标准检验方法^[2]进行表层色素类样品的处理,制得一定体积的试样处理液。取处理液1.00 ml,加入与标准溶液相同的底液5.00 ml,加水至10.0 ml,混匀后与标准液系列同时测定。

2 结果与讨论

2.1 合成食用色素的极谱行为 5 种合成食用色素的电位值分别是:A 底液 苋菜红 - 0.58 V、日落黄 - 0.64 V、胭脂红 - 0.79 V; B 底液 柠檬黄 - 0.62 V、亮蓝 - 0.87 V。

2.2 线性范围和检出浓度 在以上条件下,5 种合成食用色素在 0~5 μg/ml 浓度范围内有着良好的线性范围。均以10.0 μg/ml 食用色素标准使用溶液为

起点,分别取1.0 ml,以 10 倍逐级稀释后测定,相当于空白溶液的 3 倍电讯号为最低检出量,以进样量相当0.025 g计算检出浓度。标准曲线回归方程、相关系数、最低检出量和检出浓度见表 1。

表 1 5 种合成食用色素的线性范围和检出浓度				
色素名称	标准曲线回归方程	相关系数 (r)	最低检出量 (ng)	检出浓度 (mg/kg)
苋菜红	$y = 7.93x + 0.509$	0.9991	30	1.20
日落黄	$y = 11.9434x + 1.2308$	0.9993	18	0.72
胭脂红	$y = 26.9789x + 3.2635$	0.9986	26	1.04
柠檬黄	$y = 9.4227x + 0.5734$	0.9988	12	0.48
亮 蓝	$y = 10.5608x + 0.2393$	0.9996	13	0.52

2.3 精密度与准确度 首先用极谱法和 HPLC 法对表层色素类豆果样品提取液各测定 6 次,然后用两种分析方法对该样品进行加标回收试验与对比试验。精密度与准确度试验结果见表 2。

表 2 精密度与准确度试验							
色素名称	极谱法 ($\bar{x} \pm s$,mg/kg)	HPLC 法 ($\bar{x} \pm s$,mg/kg)	加标质量 (μg)	极谱法 ($\bar{x} \pm s$,mg/kg)	回收率 (%)	LC 法 ($\bar{x} \pm s$,mg/kg)	回收率 (%)
苋菜红	-	-	3.0	29.6 ±0.34	99.7	30.1 ±0.31	101.3
日落黄	-	-	3.0	26.1 ±0.41	87.9	26.3 ±0.35	88.6
胭脂红	40.3 ±0.39	39.6 ±0.35	3.0	68.8 ±0.32	96.0	65.7 ±0.36	87.9
柠檬黄	26.8 ±0.48	27.1 ±0.41	3.0	53.0 ±0.29	88.2	54.8 ±0.32	93.3
亮 蓝	19.1 ±0.32	18.9 ±0.37	3.0	45.0 ±0.25	87.2	45.3 ±0.27	88.8

注:“-”为未检测。

以上实验数据参照计量质量保证方案的要求^[3],用 F 检验和 t 检验,验证了两种方法测定结果差异无统计学意义。

2.4 干扰实验与方法适用范围 常见的苯甲酸、山梨酸、糖精钠和甜蜜素等食品添加剂,对上述 5 种食用色素的测定均不产生干扰。示波极谱法测定食品中合成食用色素的适用样品范围,包括了熟肉制品与糖果表层色素类、饮料和酒类等多种样品的测定。

食品中合成食用色素的示波极谱法测定,属于高灵敏度的单扫描极谱法。该方法在电化学分析中不仅灵敏度高,还具有分析速度快和分辨率高的特征。由于计算机控制实现了仪器自动化和连续测定,几秒钟内即可完成试样溶液的谱图扫描,特别适合大批试样的常规分析。单扫描极谱法能够分辨出相差 50 mV 的两个峰,可用于多组分的同时测定^[4]。HPLC 法作为国家标准检验方法的第一法,其仪器分析灵敏度高、精密度好,是合适的仲裁分析方法。但 HPLC 法的色素提取操作步骤和仪器的谱图扫描

时间较长,不利于大批样品的快速测定,加之 HPLC 法由于需要梯度洗脱装置,仪器价位较高,目前在基层卫生检验机构尚未普及。示波极谱法测定食品中合成食用色素,同样具有灵敏度高、精密度好的特点,并且操作方法简便、快速,仪器价位低廉。便于大批样品的常规分析,适合在基层疾病预防控制机构检测工作中普及应用。

参考文献

[1] 河南省疾病预防控制中心. 2008 年河南省食品污染物监测方案[Z]. 郑州:豫疾控 99 号,2008. 2.
[2] 中华人民共和国卫生部,中国国家标准化管理委员会. GB/T 5009.35—2003. 食品卫生检验方法 理化部分(一)[S]. 北京:中国标准出版社,2004.
[3] 王立吉. 计量质量保证方案[M]. 北京:中国计量出版社,1992, 75-77.
[4] 胡曼玲. 卫生化学[M]. 5 版. 北京:人民卫生出版社,2006,136-137.

[收稿日期:2009 - 03 - 20]