

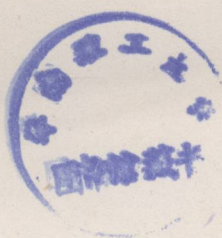


中华人民共和国国家标准

GB/T 17335—1998

食品中栀子黄的测定

Determination of crocin in foods



1998-04-20 发布



C9907109

1999-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

栀子黄作为食品着色剂已经列入 GB 2760—1996 食品添加剂使用卫生标准,最大使用量0.3 g/kg。目前日本用气相色谱方法测定,我们用高压液相色谱法测定。本方法快速、准确、精密度好。

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准由中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所负责起草;卫生部食品卫生监督检验所参加起草。

本标准主要起草人:李严巍、王梅、杨祖英。

本标准由卫生部委托技术归口单位中国预防医学科学院负责解释。

中华人民共和国国家标准

食品中栀子黄的测定

GB/T 17335—1998

Determination of crocin in foods

1 范围

本标准规定了食品中栀子黄色素的高效液相测定方法和薄层色谱法。

本标准适用于饮料、酒、糕点中栀子黄的测定。

第一法 高效液相色谱法

2 原理

样品中栀子黄经提取净化后,用高效液相色谱法测定,以保留时间定性、峰高定量,栀子甙是栀子黄的主要成分,为对照品。

3 试剂

试剂均为分析纯,水为蒸馏水。

3.1 甲醇。

3.2 石油醚:60~90℃。

3.3 乙酸乙酯。

3.4 三氯甲烷。

3.5 姜黄色素。

3.6 栀子甙。

3.7 栀子甙标准溶液:称取 2.75 mg 栀子甙标准品,用甲醇溶解,并用甲醇稀释至 100 mL 混匀。即得 27.5 $\mu\text{g/mL}$ 栀子甙。

3.8 栀子甙标准使用液:分别吸取栀子甙标准溶液 0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0 mL 于 10 mL 容量瓶中,加甲醇定容至 10 mL,即得 0, 5.5, 11.0, 16.5, 22.0 $\mu\text{g/mL}$ 的栀子甙标准系列溶液。

4 仪器

4.1 小型粉碎机。

4.2 恒温水浴。

4.3 高效液相色谱系统:Water's M501 泵,U6K 进样器,岛津 RF-535。

荧光检测器,Blue chip/PC 计算机和 Baseline 810 色谱控制程序。

5 分析步骤

5.1 样品处理

5.1.1 饮料:将样品温热,搅拌除去二氧化碳或超声脱气,摇匀后,通过微孔滤膜 0.4 μm 过滤,滤液备

作 HPLC 分析用。

5.1.2 酒:样品通过微孔滤膜过滤,滤液备作 HPLC 分析用。

5.1.3 糕点:称取 10 g 样品放入 100 mL 的圆底烧瓶中,用 50 mL 石油醚加热回流 30 min,置室温。砂芯漏斗过滤,用石油醚洗涤残渣 5 次,洗液并入滤液中,减压浓缩石油醚提取液,残渣放入通风橱至无石油醚味。用甲醇提取 3~5 次,每次 30 mL,直至提取液无梔子黄颜色,用砂芯漏斗过滤,滤液通过微孔滤膜过滤,滤液贮于冰箱备用。

5.2 测定

5.2.1 HPLC 参考条件

色谱柱:粒度 5 μm ODS C_{18} 150 mm $\times$ 4.6 mm

流动相:甲醇:水(35:65)

流速:0.8 mL/min

波长:240 nm

5.2.2 标准曲线

在本实验条件下,分别注入梔子甙标准使用液 0,2,4,6,8 μL ,进行 HPLC 分析,然后以峰高对梔子甙浓度作标准曲线。

5.2.3 样品测定

在实验条件下,注入 5 μL “5.1”项下的样品处理液,进行 HPLC 分析,取其峰与标准比较,测得样品中梔子甙含量。

6 结果

6.1 计算

按式(1)计算。

$$X = \frac{A \times V}{m \times 1\,000} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: X ——样品中梔子黄色素的含量, g/kg;

A ——进样液中梔子甙的含量, μg ;

V ——样品制备液体积, mL;

m ——样品质量, g。

6.2 本标准的检测限、回收率、精密度。

本方法梔子甙的检测限为 3.2 $\mu\text{g/mL}$,梔子黄色素浓度在 0.2~0.3 g/kg 范围内,饮料、酒、蛋糕回收率分别为 94.1%,92%,91.3%。相对标准差(R.S.D)%:2.69,4.70,3.20。

第二法 薄层色谱法

1 原理

样品中梔子黄色素用有机溶剂提取,并经过纯化处理,去除干扰物质,浓缩点样展开后,在 UV254 nm 灯下呈黑色斑点,与标准比较进行定性,及概略定量。

2 试剂

所用试剂均为分析纯,水为蒸馏水。

2.1 甲醇。

2.2 乙醇。

- 2.3 乙酸乙酯。
- 2.4 丙酮。
- 2.5 甲酸。
- 2.6 三氯甲烷。
- 2.7 硅胶 GF254:薄层色谱用。
- 2.8 展开剂:乙酸乙酯:丙酮:甲醇:水(5:5:1:1)。
- 2.9 展开剂:三氯甲烷:甲醇(6:3)。

3 仪器

- 3.1 全玻璃浓缩器。
- 3.2 薄层板涂布器。
- 3.3 玻璃板,4 cm×20 cm,20 cm×20 cm。
- 3.4 层析缸。
- 3.5 UV254 nm 荧光灯。
- 3.6 微量注射器。

4 操作方法

4.1 样品处理:将酒、饮料、蛋糕样品处理后,进行 TLC 检识。见 5.2.2 展开结果。

4.1.1 酒:取样品 100 mL,减压浓缩至无酒味,然后用乙酸乙酯萃取,每次 30 mL,萃取 3~5 次,至无梔子黄颜色为止,合并萃取液,减压浓缩至无乙酸乙酯味。约剩 20 mL 为止,此液留作薄层分析用。

4.1.2 饮料:取样品 100 mL,用乙酸乙酯萃取,每次 50 mL,萃取 3~5 次,至无梔子黄颜色为止。合并萃取液,减压浓缩至无乙酸乙酯味,约剩 20 mL,此液留作薄层分析用。

4.1.3 蛋糕:称取 10.0 g 已粉碎均匀的样品,加海沙少许,混匀,用热风吹干样品(用手摸已干燥即可),加入 50 mL 石油醚搅拌,放置片刻,弃去石油醚,如此反复处理三次,以除去脂肪,吹干后研细,放入索式提取器,用甲醇提取色素,直到无梔子黄色素为止,直至色素全部提完,置水浴浓缩至约 5 mL,此液留作薄层层析用。

4.2 测定

4.2.1 点样:取市售硅胶 GF254 荧光板,离板底边 2 cm 处点样品提取液 0.5 μ L,板的右边点 2 μ L 梔子黄色素标准溶液。

4.2.2 展开:将 4.2.1 项已点好样和标准板,用 2.8,2.9 展开剂展开,待梔子黄色素明显分开后取出,晾干,与标准斑点比较,梔子黄 R_f 值为 0.64 和 0.50。而姜黄色素为 0.11 和 0.15。样品与标品的斑点的 R_f 值一致,则证明样品中的色素为梔子黄色素。

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

食品中栀子黄的测定

GB/T 17335—1998

*

中国标准出版社出版

北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电 话:68522112

无锡富瓷快速印务有限公司印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 7 千字

1998年10月第一版 1998年10月第一次印刷

印数 1—2 000

*

书号: 155066·1-15205 定价 6.00 元

*

标 目 350—44