

9907108

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 17336—1998

食品中红曲色素的测定

Determination of monascas colours in foods



1998-04-20 发布



C9907108

1999-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

前 言

红曲色素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,按正常需要量加入。目前未发现国内外食品中红曲色素的薄层层析检测方法,我们选用先制定标准 TLC 板,柱层去掉干扰物,本法快速、准确。

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准起草单位:中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所、卫生部食品卫生监督检验所和中国药品生物制品检定所。

本标准起草人:李严巍、王梅、鲁雁飞、杨祖英、刘宝灵。

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

GB/T 17336—1998

食品中红曲色素的测定

Determination of monascas colours in foods

1 范围

本标准规定了用薄层层析方法测定食品中红曲色素。

本标准适用于食品中红曲色素的测定。

2 原理

样品中红曲色素经提取,净化后,TLC分离,与标准TLC板比较定性,选用分配系数在两相中不同而达到分离的目的。

3 试剂

3.1 硅胶:柱层析用,120~180目。

3.2 硅胶GF254。

3.3 甲醇。

3.4 正己烷:醋酸乙酯:甲醇(5:3:2)。

3.5 氯仿:甲醇(8:3)。

3.6 海沙:先用1:10盐酸煮沸15 min,用水洗至中性,再于105℃干燥,贮于具塞的玻璃瓶中,备用。

3.7 石油醚:沸程60~90℃。

3.8 红曲色素的标准溶液:取1 g红曲色素,加入30 mL甲醇溶解,然后加入5 g硅胶,拌匀,装入50 g硅胶层析柱中(湿法装柱),将拌有硅胶的红曲色素装在柱顶,后用甲醇洗脱,直至洗脱下来的甲醇无色为止,然后减压浓缩至膏状,于60~70℃烘箱中烘干,约剩下0.89 g的红曲色素作为薄层分析用标准品。用甲醇配成1 mg/mL的标准溶液。

3.9 红曲色素标准使用液,临时时吸取标准溶液5.0 mL,置于50 mL容量瓶中,加甲醇稀释至刻度,此溶液每毫升相当于0.1 mg红曲色素。

4 仪器

4.1 微量注射器10 μL。

4.2 展开槽25 cm×6 cm×4 cm。

4.3 薄层板:市售预制硅胶GF254板。

4.4 层析柱。

4.5 接收瓶。

4.6 全玻璃浓缩器。

4.7 真空泵。

5 操作方法

5.1 样品处理

5.1.1 配制酒:取 10 mL 样品,于水浴上挥干,加少量乙醇溶解残渣,进行薄层分析。

5.1.2 蛋糕:取 30.0 g 蛋糕,搅碎,加海沙少许,混匀,用热风机吹干样品即可,加入 30 mL 石油醚去脂肪,重复 3~5 次,弃去石油醚,然后将蛋糕渣放入通风橱中,残余石油醚自然挥除后,放入蒸馏瓶中,加 95%乙醇约 90 mL,回流 30 min,过滤,用乙醇洗涤 5 次,合并提取液,将提取液浓缩至 20 mL。此液留作测定用。

5.1.3 市售豆腐乳:取豆腐乳 30 g,搅碎,加 95%的乙醇 50~70 mL,提取回流 30 min,过滤,用乙醇洗涤残渣 5 次,合并乙醇提取液,减压浓缩至 20 mL,此液留作测定用。

5.1.4 火腿肠:称取 30 g 火腿肠,捣碎,加海沙少许,混匀,每次加入 50 mL 石油醚提取脂肪,共提取三次,每次提取 45 min,过滤,滤液弃去,残渣放通风橱中,用吹风机吹干,用 50 mL 甲醇提取红曲色素 30 min,共 3 次,过滤,合并滤液,滤液中加入 3 mL 的钨酸钠溶液沉淀蛋白,弃去蛋白,滤液减压浓缩至 10 mL,此液供测定用。

5.2 测定

5.2.1 点样:取市售硅胶 GF254 板(4 cm×20 cm),离底边 2 cm 处,点上述样品溶液 10 μ L,同时在右边点 2 μ L 色素标准溶液。

5.2.2 展开:将 5.2.1 已点上样品与标准品的二块板,分别放入试剂“3.3”和“3.4”中展开,待展开剂前沿至 15 cm 处,取出,放入通风橱,晾干,在 UV254 nm 下观察,试剂“3.3”得到 4 个点, R_f 值分别分 0.86,0.71,0.54,0.38,试剂“3.4”得到 3 个点, R_f 值分别为 0.86,0.69,0.57。样品与标品的斑点的 R_f 值一致。则证明样品的色素为红曲色素。

