

表 3 硫酸钾用量相同,硫酸铜用量不同测定
乳粉蛋白质含量结果比较 (g/100 g)

硫酸钾 (g)	硫酸铜 (g)	样本数	测定均值 ($\bar{x} \pm s$)
6	0.2	6	16.7 \pm 0.10
6	0.6	6	16.7 \pm 0.10
6	1.0	6	16.7 \pm 0.08

注:3组数据经统计学处理,任意 2 组数据间差异均无统计学意义 ($P > 0.05$)。

5 讨论

测定乳粉中蛋白质时,乳粉的取样量以 0.600~0.700 g 为宜,因为乳粉中蛋白质的含量要求不小于 12.0%^[3],若按照国家标准《食品中蛋白质的测定》(GB/T 5009.5-2003)规定的取样范围(0.200~2.000 g)对乳粉进行取样,取样量为 0.200 g 时,滴定时消耗的 0.050 mol/L 的盐酸标准滴定液的体积约为 0.60 mL,滴定误差较大;若按照《婴幼儿配方食品和乳粉蛋白质的测定》(GB/T 5413.1-1997)取样量为 2.000 g 时,因取样量大,消化时碳化粒进溅易粘附在凯氏烧瓶的瓶壁上,需冷却后轻轻摇动烧瓶或用 30% 的过氧化氢溶液冲下,继续消化,较繁琐。

乳粉消化时,硫酸铜的作用是催化剂,使氧化作用加速,硫酸钾的作用是提高硫酸的沸点,增进反应速度,10 g 硫酸钾可将硫酸沸点提高到 400℃,但过多的硫酸钾会造成沸点太高,生成的 NH_4HSO_4 在 513℃ 会分解,导致结果偏低^[4]。比对实验表明:在样

品质量相同,可调式电炉的功率一定时,硫酸铜和硫酸钾的用量越大,消化到澄清透明所需时间就越短;硫酸铜的用量在 0.20~1.00 g,硫酸钾的用量在 3~10 g 时同一乳粉样品的蛋白质测定结果无差异性,但是随着硫酸钾用量的增加,消化液冷却后形成的雪样硫酸铵晶体和硫酸钾析出就越多,向容量瓶中转移定容时不易转出。因此,硫酸铜的用量以 0.20~0.30 g 为宜,硫酸钾的用量以 3~6 g 为宜。

国标法 (GB/T 5413.1-1997)蒸馏时,定容后消化液的体积取 25.00 mL,加入反应室的氢氧化钠溶液 (400 g/L) 的体积亦为 25.0 mL,因为凯氏定氮蒸馏器反应室体积小,国标法 (GB/T 5413.1-1997)易导致蒸馏过程不易控制,反应室内的液体易发泡冲出反应室,进入接受瓶,导致实验失败。因此,消化液的取用量以 10.00 mL 为宜,400 g/L 的氢氧化钠溶液的取用量也以 10.0 mL 为宜,这样便于蒸馏的控制。蒸馏时,可调式电炉的功率不宜太大,因为水循环冷却系统可能不能把馏出液冷却至室温,导致吸收液硼酸的温度过高,影响对蒸馏出的氨的吸收,影响结果的准确性。

6 参考文献

- [1] GB/T 5413.1-1997. 婴幼儿配方食品和乳粉蛋白质的测定.
- [2] GB/T 5009.5-2003. 食品中蛋白质的测定.

(收稿:2009-06-22)

(本文编辑:张军)

辣椒制品中对位红和苏丹红的高效液相色谱同时测定法

【实验·监测与检验】

Simultaneous Determination of Para Red and Sudan Red in Capsicum Product by HPLC

曲青,于红卫

QU Qing, YU Hongwei

摘要 目的 探讨液相色谱对辣椒制品中对位红、苏丹红、、的同时检测方法。方法 用乙醚提取后于旋转蒸发仪上浓缩至 1 mL,用甲醇定容至 5 mL,进液相色谱分析,以保留时间定性,峰面积定量。结果 在方法选定的条件下,对位红、苏丹红(、、)不同水平加标回收率范围为:对位红为 97.3%~103.0%,苏丹红为 96.8%~102.0%,苏丹红为 96.5%~102.0%,苏丹红为 93.5%~105.0%,苏丹红为 92.3%~102.0%。结论 该方法简便、易行,适用于辣椒制品中对位红、苏丹红的测定。

关键词 高效液相色谱;辣椒制品;对位红;苏丹红(、、)

中国图书资料分类号:R115

文献标识码:B

文章编号:1004-1257(2009)24-2711-02

Subject Simultaneous Determination of Para Red and Sudan Red in Capsicum Product by HPLC

Authors QU Qing, YU Hongwei (Qingdao Center for Disease Control and Prevention, Shandong, 266033, China)

Abstract [Objective] To investigate the simultaneous determination of Para red and Sudan (, , ,). [Methods] The product was distilled by aether and condensed to 1 mL on the rotary evaporator, then magnified to 5 mL in volume with methanol for HPLC analysis. The analysis was qualitative with retained time and qualitative of the peak area. [Results] Under the conditions of the method chosen, the recovery of standard addition of Para red and Sudan (, , ,) were 97.3%~103.0%, 96.8%~102.0%, 96.5%~102.0%, 93.5%~105.0% and 92.3%~102.0%, respectively. [Conclusion] This method is simple, feasible and suitable for measurement of Para red and Sudan red in the capsicum product.

Key words HPLC; Capsicum product; Para red; Sudan (, , ,)

对位红和苏丹红是常见的红色染料,对呼吸系统、皮肤、眼

睛有刺激性,是一种致癌物,所以不允许加入食品中。目前,对位红、苏丹红(、、)染料的检测方法有许多,我们通过试验建立了高效液相色谱同时测定辣椒样中对位红、苏丹红的

作者简介:曲青,女,主管技师,主要从事理化检验工作。

作者单位:山东省青岛市疾病预防控制中心,266033

方法,报告如下。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂 D-7000高效液相色谱仪,色谱柱 Agilent C18(2.1 mm ×150 mm) 3.5 μm;分析天平(1/万);SZ-1型快速混匀器 RE-52旋转蒸发器;50 ml带塞比色管。甲醇(色谱纯);乙醚(优级纯);冰乙酸(色谱纯);对位红、苏丹红(、 、 、)标准品(signa公司),纯度(C_0)均大于90%。

1.2 高效液相色谱分析条件 柱温:35℃,流动相为甲醇10%乙酸(10:90),流速0.6 ml/min,检测波长485 nm,进样量为20 μl。梯度洗脱条件见表1。

表1 高效液相色谱分析梯度洗脱条件

时间(min)	10%乙酸水溶液	甲醇
0.0	10	90
5.0	10	90
8.0	0	100
22.0	0	100
22.1	10	90
24.0	10	90

注:25 min停止洗脱。10%乙酸水溶液与甲醇为体积比。

1.3 实验方法

1.3.1 标准溶液的配制 准确称取对位红、苏丹红(、 、 、)各1.0 mg于100 ml容量瓶中,加乙醚溶解后,用甲醇定容至刻度,此混合标准溶液的浓度1 ml=0.01 mg为储备液;准确吸取上述标准溶液0.1、0.2、0.5、1.0、2.0、4.0、8.0 ml于10 ml容量瓶中,用甲醇定容至刻度,此溶液中标准溶液浓度分别是0.1、0.2、0.5、1.0、2.0、4.0、8.0 μg/ml。

1.3.2 样品处理 准确称取10.00 g样品于50 ml比色管中,加乙醚50 ml加盖于快速混匀器上振摇1 min,静置5 min,过滤于80 ml烧杯中,于旋转蒸发器上40℃水浴浓缩至1 ml,用甲醇定容至5 ml,用0.45 μm有机膜过滤于液相小瓶中作待测液。

1.3.3 样品测定 吸取20 μl样液进行检测,以保留时间定性,峰面积定量。同时做标准溶液的标准曲线测定。

2 结果讨论

2.1 流动相比比例选择 在优化分离条件时,对流动相10%乙酸水溶液、甲醇,分别对不同比例的配比进行检测,结果显示,以10:90比例开始梯度洗脱,分离效果最为理想($R > 1.5$)基线较稳定;同时,对乙酸水溶液的浓度进行试验,表明流动相中10%乙酸水溶液的酸度对分离度和测定灵敏度最好。结果证明,在方法选定的条件下,分离柱效最高,试剂峰干扰最少。标准溶液色谱图见图1。

2.2 方法的线性关系 取不同浓度(0.1、0.2、0.5、1.0、2.0、4.0、8.0 μg/ml)混合标准溶液各20 μl进行检测,以标准峰面积定量,进行线性回归计算,相关系数分别为:对位红0.9999,苏丹红0.9999,苏丹红0.9993,苏丹红0.9991,苏丹红

0.9996。

2.3 方法回收率 为了验证本方法的可靠性,以3个本底值为零的本地产品(辣椒粉、辣椒酱、红油辣椒)分别做了对位红、苏丹红、苏丹红、苏丹红、高、中、低各3个浓度的加标回收,在方法选定的条件下进行检测,各测6次,试验结果如表2所示。

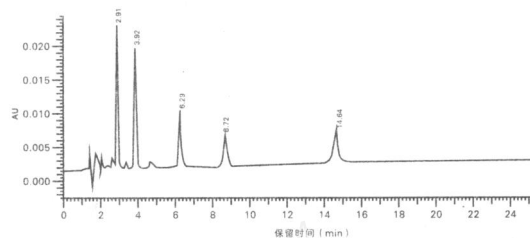


图1 标准溶液色谱图

表2 方法的回收率和精密度($n=6$)

项目	加标浓度 (μg/ml)	测定浓度 ($\bar{x} \pm s$, μg/ml)	回收率 (%)	RSD (%)
对位红	1	0.999 ± 0.021	97.3 ~ 102	2.10
	2	1.988 ± 0.037	97.9 ~ 103	1.86
	4	4.00 ± 0.05	98.3 ~ 101	1.27
苏丹红	1	0.995 ± 0.011	98.4 ~ 101	1.10
	2	1.966 ± 0.034	96.8 ~ 102	1.68
	4	3.97 ± 0.075	97.2 ~ 101	1.89
苏丹红	1	0.985 ± 0.02	96.5 ~ 102	2.03
	2	1.97 ± 0.039	96.6 ~ 102	1.98
	4	3.96 ± 0.048	97.7 ~ 101	1.21
苏丹红	1	0.990 ± 0.032	95.1 ~ 105	3.23
	2	1.92 ± 0.059	93.5 ~ 99.0	3.07
	4	3.83 ± 0.045	94.6 ~ 96.9	1.17
苏丹红	1	0.978 ± 0.028	94.0 ~ 101	2.86
	2	1.97 ± 0.035	96.3 ~ 101	1.78
	4	3.78 ± 0.12	91.5 ~ 97.5	3.17

2.4 方法的应用 用选定的方法对市场上的辣椒样品进行检测,在45份样品中,共检出添加苏丹红样品2份,未检出添加对位红、苏丹红、苏丹红、苏丹红的样品。

3 参考文献

- [1] GB/T 19681-2005. 食品中苏丹红染料的检测方法——高效液相色谱法.
- [2] 仲岳桐,陈春晓,徐锦洪,等. 食品中苏丹红一号的检测方法研究. 中国卫生检验杂志,2007,17(2):265-267.

(收稿:2009-06-12)

(本文编辑:张军)