



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.150—2003
代替 GB/T 17336—1998

食品中红曲色素的测定

Determination of monascas colours in foods

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准代替 GB/T 17336—1998《食品中红曲色素的测定》。

本标准按照 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

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。

本标准主要起草人：李严巍、王梅、鲁雁飞、杨祖英、刘宝灵。

原标准于1998年首次发布，本次为第一次修订。

引 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。

食品中红曲色素的测定

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

试样中红曲色素经提取,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目~180目。

3.2 硅胶:GF254。

3.3 甲醇。

3.4 正己烷+乙酸乙酯+甲醇(5+3+2)。

3.5 三氯甲烷+甲醇(8+3)。

3.6 海砂:先用1+10盐酸煮沸15min,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1g红曲色素,加入30mL甲醇溶解,然后加入5g硅胶,拌匀,装入50g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0.89g的红曲色素作为薄层分析用标准品。用甲醇配成1mg/mL的标准溶液。

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

4 仪器

4.1 微量注射器10μL。

4.2 展开槽25cm×6cm×4cm。

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 分析步骤

5.1 试样处理

5.1.1 配制酒:取10.0mL试样,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:取样30.0g蛋糕,搅碎,加海砂少许,混匀,用热风吹干试样即可,加入30mL石油醚去脂肪,重复3次~5次,弃去石油醚,然后将蛋糕渣放入通风橱中,残余石油醚自然挥发后,放入蒸馏瓶中,加95%乙醇约90mL,回流30min,过滤,用乙醇洗涤5次,合并提取液,将提取液浓缩至20mL。

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 mL~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,加海砂少许,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,点上述试样溶液 10 μ L,同时在右边点 2 μ L 色素标准使用溶液。

5.2.2 展开:将 5.2.1 已点上试样与标准品的二块板,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。试样与标品的斑点的 R_f 值一致。则证明试样的色素为红曲色素。
