

理不到位;(2)大部分场所未进行预防性监督,硬件布局不太合理,整改难度较大,直接影响量化效果;(3)美容美发业经营者流动性大,对实施量化分级管理等卫生知识常出现断层现象。

建议:(1)进一步加大对量化分级管理制度的宣传力度,加强对经营单位管理人员量化分级管理工作的培训工作,提高对量化分级管理工作的认识,在全社会营造出一种浓厚的氛围。(2)根据国家相关规定,结合工作实际,继续对量化评分项目进行完善,使其易于操作。(3)加强现有公共场所相关法律法规的

修订工作,提高公共场所卫生许可的准入标准;同时加大对违反公共场所卫生行为条款的处罚标准,提高公共场所卫生的监督执法工作力度。(4)加强对公共场所的预防性监督工作,对新建、改建、扩建的公共场所的选址和设计严格按照规定实施卫生许可证制度,从源头上预防控制不符合卫生要求的设施出现,提高公共场所整体的卫生水平。

(收稿日期:2008-02-15)

(本文编辑:韩威)

【工作交流】

文章编号:1001-5914(2008)10-0922-01

玉米面中柠檬黄和日落黄的高效液相色谱测定法

谢连宏

关键词:卫生调查;玉米面;柠檬黄;日落黄 中图分类号:O657.7 文献标识码:C

玉米黄色素既可以作为天然色素使用,又可以作为生产保健食品的营养强化剂^[1],已被欧美等许多国家批准为食用添加剂。玉米黄色素在玉米籽粒中含量约为 0.01~0.9 mg/100 g(0.1~9.0 mg/kg),含量变异较大,这对显色深浅程度的影响很大。这很有可能诱使不法经营者向玉米面中掺入柠檬黄、日落黄等人工黄色素,“改善”玉米面的感官性能,误导消费者。

借鉴 GB/T 5009.35—2003《食品中合成着色剂的测定》中的高效液相色谱法(HPLC)法,笔者对可能掺有人工合成色素的 4 份可疑玉米面进行了实验室检测,在 2 份玉米面中检出掺有人工合成色素,其中 1 份掺有日落黄,另 1 份掺有柠檬黄。

所用试剂包括甲醇、甲酸、乙酸、氨水,均为分析纯;甲醇-甲酸混合液(体积比为 3:2);乙酸-氨水-水混合液(体积比为 7:2:1);纯水机自制纯水(6.7 μ S/cm);标准储备液:0.5 mg/ml 柠檬黄[国家标准物质研究中心,GBW(E)100001a];0.5 mg/ml 日落黄[国家标准物质研究中心,GBW(E)100003a]。

HPLC 系统(Bio-Tek 公司),紫外检测器(检测波长 254 nm);C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.5 mm,5 μ m,不锈钢柱),流动相:甲醇-0.02 mol/L 乙酸铵,流量为 1.0 ml/min;进样量为 20 μ l,梯度洗脱条件:甲醇,20%~64%,5.5%/min,64%~20%,5.5%/min,20%平衡持续 6 min。

样品采集后,放于洁净透明塑料采样袋,密封运送、存放。

取玉米面样品 5.0 g 加 40 $^{\circ}$ C 纯水 20~30 ml,调匀;另取 1 g 聚酰胺粉,用 40 $^{\circ}$ C 纯水调成粥状,将二者充分混合后以 G₃ 垂融漏斗抽滤。再用 40 $^{\circ}$ C 纯水洗 3~5 次,用甲酸-甲醇混合液洗 3~5 次,再用水洗至中性;以乙醇-氨水-水混合液洗 3~5 次,每次 5 ml;收集解吸液,加乙酸中和蒸发至近干,加水溶解,定容至 5 ml;经滤膜(0.45 μ m)过滤,取 20 μ l 进高压液相系统进行色谱分析。

用保留值定性、峰面积标准曲线定量,将储备液制成含柠檬黄、日落黄标准溶液,浓度均为 0.1 mg/ml,分别取不同体积,配制标准系列。将标准系列与样品滤液在相同条件下进行分析。

玉米黄色素为脂溶性色素,由于玉米黄色素中的叶黄素、玉米黄素和隐黄素等各种类胡萝卜素的种类较多,且结构相近或

相似,目前分析玉米黄色素等类胡萝卜素最常用的方法是 RP-HPLC,玉米黄色素最大吸收波长为 450 nm^[2]。

与“竹香米”的掺伪检验不同的是,米本身无天然颜色存在,固而用纯水浸泡后可见到水中带有绿色,纸层析较易辨别。玉米面自然呈黄色,水溶后不易分辨是否掺有人工合成黄色素。因此,借鉴国标方法中的 HPLC 法,检测玉米面中可能掺有人工合成色素柠檬黄和日落黄。柠檬黄、日落黄二者的最佳吸收波长为 254 nm,即使有天然色素被同时提取,因天然玉米黄色素最佳吸收波长为 450 nm,经 HPLC 分析后也可辨认出柠檬黄和日落黄的峰位,既可辨别定性,还可进行定量检测。

玉米面中掺入人工合成色素尚无标准检验方法,且未见有关的文献报道。我们参考了国标检验方法,并对柠檬黄和日落黄的提取条件进行改进,没有采用样品溶液加热 60 $^{\circ}$ C 的条件,因为玉米面中含有淀粉,一旦温度过高会产生凝固现象,导致人工色素难以提取,故采用 40 $^{\circ}$ C 水浴方法。

如果进行等度分离,分析时间过长,作者参考国标方法中的梯度条件进行改进,考虑到可疑样品中不含红色与蓝色色素,并经试验验证,笔者提出的梯度洗脱条件较为实用,分离效果好,每次分析后无须重新平衡色谱柱。

该方法柠檬黄最低检出含量为 0.16 mg/kg,日落黄最低检出含量为 0.28 mg/kg,回收率均在 95%~98%之间,RSD 小于 5%。在此条件下测定了 4 份玉米面,其中 1 号样品检出日落黄 1.0 g/kg,2 号样品检出柠檬黄 3.0 g/kg。在 1 号样品经营者处,调查人员当场查获日落黄色素,经营者也承认在其出售的玉米面中掺入了日落黄。

笔者借鉴国标检验方法,对玉米面样品中掺入的人工黄色素的提取条件和梯度洗脱条件进行改进,并在部分可疑样品中检出了柠檬黄、日落黄。实验表明,该文提出的方法可以作为玉米面中掺入柠檬黄、日落黄人工合成色素的鉴别检测方法。

参考文献:

- [1] 吕欣,毛忠贵.玉米黄色素研究进展[J].中国食品添加剂,2003,(3): 57-60.
- [2] 卢红梅,梁逸曾.高效液相色谱法测定食物中的类胡萝卜素[J].色谱,2005,23(1): 57-62.

(收稿日期:2008-03-03 修回日期:2008-03-28)

(本文编辑:杜宇欣)

作者单位:天津市西青区卫生防病站检验科(天津 300380)

作者简介:谢连宏(1968-),男,副主任技师,从事卫生理化检验及技术管理工作。