

高效液相色谱法检测葡萄酒中对位红和苏丹色素

郑玲,李丽华,覃健,傅华

(广西出入境检验检疫局,广西 南宁 530021)

摘要: 研究了葡萄酒中对位红和4种苏丹色素的液相色谱测定方法。葡萄酒中对位红和4种苏丹色素经正己烷提取,氮气吹干后以乙腈定容,用ZORBAX Eclipse XDB-C₁₈柱分离,乙腈为流动相,经液相色谱-二极管阵列检测器测定。该法检出限分别为1.0 μg/L、2.0 μg/L、3.0 μg/L、2.5 μg/L、3.0 μg/L,回收率在98.6%~103.7%之间,相对标准偏差(RSD)≤2.22%。

关键词: 分析检测; 液相色谱; 苏丹色素; 对位红; 葡萄酒

中图分类号:TS261.7;O657.7;TS262.6

文献标识码:B

文章编号:1001-9286(2009)06-0102-02

Determination of Para red & Sudan Dyes in Grape Wine by HPLC

ZHENG Ling, LI Li-Hua, QIN Jie and FU Hua

(Guangxi Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Nan'ning, Guangxi 530021, China)

Abstract: The determination method of para red and four kinds of sudan dyes in grape wine was studied. Para red and sudan dyes were extracted from grape wine by normal hexane, then dried by nitrogen, then fixed by acetonitrile, and then separated by ZORBAX Eclipse XDB-C₁₈ column (acetonitrile used as mobile phase), and finally detected by liquid chromatography and diode array detector. The detection limits of para red and the four kinds of sudan dyes were 1.0 μg/L, 2.0 μg/L, 3.0 μg/L, 2.5 μg/L and 3.0 μg/L respectively and their recovery was between 98.6%~103.7% and their RSD were ≤2.22%.

Key words: analysis & determination; HPLC; sudan dyes; para red; grape wine

苏丹(sudan)色素是应用于诸如油彩、蜡、地板蜡和香皂等化工产品中的一种红色或橙红色的偶氮类合成着色剂。有研究表明苏丹(一号)会导致鼠类患癌,对人类肝细胞也显现出可能致癌的特征,欧盟已明令禁止在食品中添加苏丹色素,我国也禁止其在食品中使用。对位红也是一种常用的红色颜料,对眼睛、皮肤和呼吸系统有刺激性,也同样禁止在食品生产加工中添加使用。

目前国内外有关对位红和苏丹色素的检测方法多是关于辣椒及其制品等^[1~2],葡萄酒中对位红和苏丹色素的检测未见报道。葡萄酒含有多种对人体有益处的成分,经常适量饮用葡萄酒,能调节人体新陈代谢,促进血液循环,防止胆固醇增加,同时还能起到利尿、激发肝功能和防止衰老的作用。检测葡萄酒中对位红和苏丹色素对于保障葡萄酒安全饮用,促进对外贸易具有重要意义。本文采用正己烷振摇提取,氮气吹干后,乙腈定容,HPLC-DAD检测,建立了一套简单、快速、准确的测定葡萄酒中对位红和苏丹色素的方法。

1 材料与方法

1.1 主要仪器和试剂

收稿日期:2009-02-11

作者简介:郑玲(1972-),女,贵州贵阳人,硕士,工程师,研究方向为食品安全。

高效液相色谱仪:Agilent 1100, 附带 DAD 检测器,美国安捷伦科技有限公司;

离心机:DL-5-B, 上海安亭科学仪器厂;

对位红,苏丹、苏丹、苏丹、苏丹标准品:Dr. Ehrenstorfer GmbH;

乙腈、正己烷:色谱纯;

水:去离子水。

1.2 色谱条件

色谱柱:Agilent ZORBAX Eclipse XDB-C₁₈柱(4.6 i.d.×250 mm, 5 μm); 流速:0.7 mL/min; 流动相:乙腈; 检测波长:478 nm、520 nm; 柱温:35 °C; 进样量:10 μL。

1.3 实验步骤

1.3.1 标准溶液配制

标准储备液:称取 10.0 mg 各标准品,苏丹、苏丹直接用乙腈溶解后定容至 100 mL,苏丹、苏丹先用适量氯仿溶解后,用乙腈定容至 100 mL。

标准工作液:吸取适量各储备液,用乙腈定容得到所需浓度的工作液及标准系列。

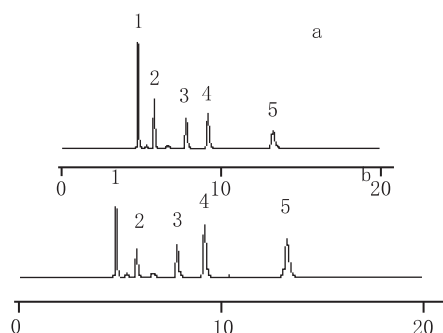
1.3.2 样品提取

取样品 20 mL 于 50 mL 离心管中,加入 3 mL 正己烷,振摇 5 min 后离心,取出上层有机相,残液再分别用 3 mL 正己烷提取 2 次,合并 3 次提取液,用氮气于 40 °C 下吹干,定量加入 1 mL 乙腈溶解,于 0.22 μm 滤膜过滤后用 HPLC 测定。

2 结果与分析

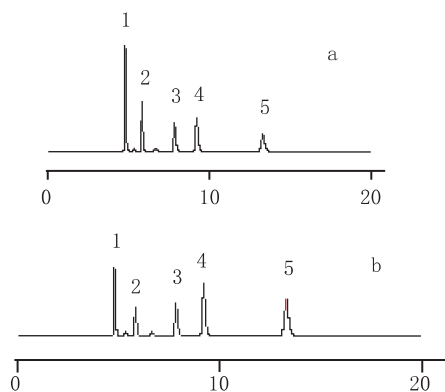
2.1 样品标准色谱图

对样品进行色谱分析,建立标准样色谱图,见图 1~图 2。



1-对位红; 2-苏丹; 3-苏丹; 4-苏丹; 5-苏丹
a-478 nm; b-520 nm

图 1 对位红和 4 种苏丹色素标准物质谱图



1-对位红; 2-苏丹; 3-苏丹; 4-苏丹; 5-苏丹
a-478nm; b-520nm

图 2 样品加标谱图

2.2 流动相选择

对于多组分分析,为得到适宜的保留值和最佳峰形,多采用梯度洗脱法。本方法采用纯乙腈作流动相,仅需 14 min 就能完成检测,且各物质能完全分离,均具有良好的峰形。并在经过多次的进样测定后,各物质的出峰时间仍相当稳定,表现出良好的重现性及稳定性。

2.3 波长选择

在 400~700 nm 波长范围进行扫描,对位红、苏丹、苏丹在 478 nm 波长有最大吸收,苏丹、苏丹在 520 nm 波长有最大吸收,因此选择 478 nm、520 nm

两个波长同时进行检测,各种色素的定量分别取最大吸收波长处的峰面积进行计算。

2.4 工作曲线和检出限

分别配制浓度为 0.05 μg/mL、0.08 μg/mL、0.1 μg/mL、0.2 μg/mL、0.5 μg/mL、0.8 μg/mL、1.0 μg/mL 的系列标准溶液,按色谱条件进行测定后,以峰面积 A 对浓度 c (μg/mL) 作回归分析。结果表明,各物质浓度在 0.05~1 μg/mL 范围内呈良好线性关系。以 3 倍信噪比为检出限,峰面积 A 与浓度 c 线性方程、相关系数及检出限见表 1。

表 1 5 种色素的线性方程、相关系数及检出限

组分	线性方程	相关系数	检出限 (μg/L)
对位红	$A=93.061c+0.3904$	0.9998	1.0
苏丹 I	$A=50.482c+0.3463$	0.9999	2.0
苏丹 II	$A=41.407c+0.1826$	0.9999	3.0
苏丹 III	$A=65.908c+0.1916$	1	2.5
苏丹 IV	$A=68.541c-0.0437$	0.9999	3.0

2.5 精密度与回收率实验

在阴性葡萄酒的样品中分别添加 2 个水平浓度为 50 μg/L 及 5 μg/L 的对位红和苏丹色素,测定回收率,每个水平平均平行处理测定 6 个样,计算平均回收率及精密度,结果见表 2。

表 2 样品加标平均回收率 (n=6)

组分	添加 50 μg/L		添加 5 μg/L	
	回收率 (%)	RSD (%)	回收率 (%)	RSD (%)
对位红	100.2	0.94	98.6	0.52
苏丹 I	102.6	0.85	101.3	0.78
苏丹 II	102.4	1.19	99.4	1.34
苏丹 III	103.7	1.90	102.3	0.98
苏丹 IV	102.3	2.22	99.9	1.02

2.6 样品测定

运用本方法对 2004 年以来广西进口的多个葡萄酒样品进行了检测,均未检出对位红和苏丹色素。

3 结论

采用正己烷振摇提取,氮气吹干后,乙腈定容,进行 HPLC-DAD 检测,建立了一套简单、快速测定葡萄酒中对位红和苏丹色素的方法。该方法灵敏度、准确度及精密度均较高。

参考文献:

- [1] 凝胶净化-高效液相色谱法检测对位红在辣椒酱和辣椒油中的残留量[J].分析化学,2006,34(6):867-870.
- [2] 骆和东,贾玉珠,朱宝平,等.凝胶净化液相色谱法同时检测染红食品中对位红和苏丹红染料[J].理化检验-化学分册,2006,42(2):86-90.