

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.149—2003
代替 GB/T 17335—1998

GB/T 5009.149—2003

食品中栀子黄的测定

Determination of crocin in foods

中华人民共和国
国家标准
食品中栀子黄的测定
GB/T 5009.149—2003

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.bzcb.com

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字

2004年8月第一版 2004年8月第一次印刷

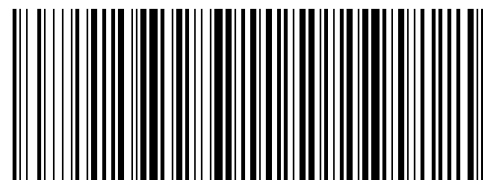
*

书号: 155066·1-21565 定价 8.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 5009.149—2003

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

微孔滤膜过滤,滤液贮于冰箱备用。

5.2 测定

5.2.1 HPLC 参考条件

色谱柱:粒度 5 μm ODS C_{18} 150 mm \times 4.6 mm;

流动相:甲醇+水(35+65);

流速:0.8 mL/min;

波长:240 nm。

5.2.2 标准曲线

在本实验条件下,分别注入栀子甙标准使用液 0,2,4,6,8 μL ,进行 HPLC 分析,然后以峰高对栀子甙浓度作标准曲线。

5.2.3 试样测定

在实验条件下,注入 5 μL 5.1 试样处理液,进行 HPLC 分析,取其峰与标准比较,测得试样中栀子甙含量。

6 结果计算

按下式计算:

$$X = \frac{A \times V}{m \times 1000}$$

式中:

X——试样中栀子黄色素的含量,单位为克每千克(g/kg);

A——进样液中栀子甙的含量,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V——试样制备液体积,单位为毫升(mL);

m——试样质量,单位为克(g)。

7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过 5%。

第二法 薄层色谱法

8 原理

试样中栀子黄色素用有机溶剂提取,并经过纯化处理,去除干扰物质,浓缩点样展开后,在 UV254 nm 灯下呈黑色斑点,与标准比较进行定性,及概略定量。

9 试剂

所用试剂均为分析纯,水为蒸馏水。

9.1 甲醇。

9.2 乙醇。

9.3 乙酸乙酯。

9.4 丙酮。

9.5 甲酸。

9.6 三氯甲烷。

9.7 硅胶 GF254:薄层色谱用。

9.8 展开剂:乙酸乙酯+丙酮+甲醇+水(5+5+1+1)。

前 言

本标准代替 GB/T 17335—1998《食品中栀子黄的测定》。

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。

本标准负责起草单位:中国预防医学科学院劳动卫生与职业病研究所;参加起草单位:卫生部食品卫生监督检验所。

本标准主要起草人:李严巍、王梅、杨祖英。

原标准于 1998 年首次发布,本次为第一次修订。

引 言

栀子黄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,最大使用量0.3 g/kg。

食品中栀子黄的测定

1 范围

本标准规定了食品中栀子黄色素的高效液相测定方法和薄层色谱法。
本标准适用于饮料、酒、糕点中栀子黄的测定。
第一法检出限为 3.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$;标准曲线线性范围为 0 ng/mL ~200 ng/mL 。

第一法 高效液相色谱法

2 原理

试样中栀子黄经提取净化后,用高效液相色谱法测定,以保留时间定性、峰高定量,栀子甙是栀子黄的主要成分,为对照品。

3 试剂

试剂均为分析纯,水为蒸馏水。

3.1 甲醇。

3.2 石油醚:60 $^{\circ}\text{C}$ ~90 $^{\circ}\text{C}$ 。

3.3 乙酸乙酯。

3.4 三氯甲烷。

3.5 姜黄色素。

3.6 栀子甙。

3.7 栀子甙标准溶液:称取 2.75 mg 栀子甙标准品,用甲醇溶解,并用甲醇稀释至 100 mL 混匀。即得 27.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 栀子甙。

3.8 栀子甙标准使用液:分别吸取栀子甙标准溶液 0,2.0,4.0,6.0,8.0 mL 于 10 mL 容量瓶中,加甲醇定容至 10 mL,即得 0,5.5,11.0,16.5,22.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的栀子甙标准系列溶液。

4 仪器

4.1 小型粉碎机。

4.2 恒温水浴。

4.3 高效液相色谱系统:Water's M510 泵,U6K 进样器,岛津 RF-535。

荧光检测器,Blue chip/PC 计算机和 Baseline 810 色谱控制程序。

5 分析步骤

5.1 试样处理

5.1.1 饮料:将试样温热,搅拌除去二氧化碳或超声脱气,摇匀后,通过微孔滤膜 0.4 μm 过滤,滤液备作 HPLC 分析用。

5.1.2 酒:试样通过微孔滤膜过滤,滤液备作 HPLC 分析用。

5.1.3 糕点:称取 10 g 试样放入 100 mL 的圆底烧瓶中,用 50 mL 石油醚加热回流 30 min,置室温。砂芯漏斗过滤,用石油醚洗涤残渣 5 次,洗液并入滤液中,减压浓缩石油醚提取液,残渣放入通风橱至无石油醚味。用甲醇提取 3 次~5 次,每次 30 mL,直至提取液无栀子黄颜色,用砂芯漏斗过滤,滤液通过