

DB52

贵 州 省 地 方 标 准

DBS 52/ 041—2019

食品安全地方标准 柑橘类水果及其饮料 中柑橘红 2 号的测定-高效液相色谱法

Local food safety standard-Determination of citrus red 2 in citrus fruits
and drinks by high performance liquid chromatography

2019 - 10 - 29 发布

2020 - 04 - 28 实施

贵州省卫生健康委员会 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 原理	1
4 试剂和材料	1
5 仪器和设备	1
6 分析步骤	2
7 结果的表述	2
8 精密度	3
附录 A（资料性附录） 柑橘红 2 号标准色谱图	4

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

请注意：本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由贵州省分析测试研究院提出。

本标准由贵州省卫生健康委员会归口。

本标准起草单位：贵州省分析测试研究院、贵州省流通环节食品安全检验中心、贵阳海关综合技术中心。

本标准主要起草人：杨昌彪、张飞、王兴宁、吴新文、包娜、杨春萍、王玥、李占彬、马凯、周红、张洪、黄永桥、孙海达、李荣华、舒海霞、张洁、毛敏霞、黎成雪、陈德琴、陈晓晓、杨斌、周恒美、张坤、董璟。

食品安全地方标准

柑橘类水果及其饮料中柑橘红 2 号的测定-高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了柑橘类水果及其饮料中柑橘红2号的高效液相色谱测定方法。
本标准适用于柑橘类水果及其饮料中柑橘红2号的测定。
本标准方法的检出限：0.1 mg/kg。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

样品经乙腈提取，提取液经分散固相萃取净化，在液相色谱C18反相柱上进行分离，紫外或二极管阵列检测器检测，以色谱峰的保留时间定性，外标法定量。

4 试剂和材料

- 4.1 柑橘红 2 号标准品：化学式 $C_{18}H_{16}N_2O_3$ ；CAS 登录号：6358-53-8；纯度 $\geq 99\%$ 。
- 4.2 乙腈：色谱纯。
- 4.3 甲酸：色谱纯。
- 4.4 QuEChERS 萃取试剂（包括 6 g $MgSO_4$ 、1.5 g 乙酸钠）或性能相当者。
- 4.5 QuEChERS 分散固相萃取试剂（包括 400 mg PSA、1200 mg $MgSO_4$ ）或性能相当者。
- 4.6 微孔滤膜：0.22 μm ，有机系。
- 4.7 柑橘红 2 号标准储备液（100 $\mu g/mL$ ）：准确称取柑橘红 2 号标准品 10 mg（精确到 0.1 mg）于 100.0 mL 容量瓶中，用适量乙腈溶解并定容至刻度。密封保存于冰箱（0 $^{\circ}C \sim 4^{\circ}C$ ）中，备用，保存有效期为 6 个月。
- 4.8 柑橘红 2 号标准工作液：分别吸取一定体积的标准储备液于 10.00 mL 容量瓶中，用乙腈定容至刻度，制得 0.10 $\mu g/mL$ 、0.50 $\mu g/mL$ 、1.00 $\mu g/mL$ 、5.00 $\mu g/mL$ 、10.00 $\mu g/mL$ 的柑橘红 2 号标准工作溶液，用于液相色谱测定。

注：除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

5 仪器和设备

- 5.1 高效液相色谱仪：配有紫外或二极管阵列检测器。

- 5.2 分析天平：感量为 0.1 mg 和 0.01 g。
- 5.3 组织捣碎机。
- 5.4 离心机。
- 5.5 高速匀浆机。
- 5.6 振荡器。
- 5.7 旋涡混合器。

6 分析步骤

6.1 试样制备

取具有代表性的样品，混合均匀后作为待测样。水果类样品用全果经组织捣碎机捣碎制样。

6.2 提取

称取 15 g（精确到 0.01 g）试样于 100 mL 塑料离心管中，加入 15 mL 水（饮料不需要加水），加入 15.00 mL 乙腈，高速匀浆机 10000 r/min 匀浆 1 min，加入 QuEChERS 萃取试剂，快速摇散后，用振荡器震荡 5 min 后，于离心机上以 4000 r/min 离心 4 min。取上层 5 mL 乙腈于 15 mL 离心管中（预先加入 QuEChERS 分散固相萃取试剂），涡旋混匀 1 min，在离心机上以 4000 r/min 离心 4 min，然后取上清液过膜，用高效液相色谱仪检测分析。

6.3 色谱参考条件

- 6.3.1 色谱柱：C18 柱，150 mm×4.6 mm，5 μm（或具等同效果的色谱柱）。
- 6.3.2 流动相：甲醇+水=90+10。
- 6.3.3 柱温：30 ℃。
- 6.3.4 流速：1.0 mL/min。
- 6.3.5 检测波长：510 nm。
- 6.3.6 进样量：10.0 μL。
- 6.3.7 标准色谱图见附录 A。

6.4 测定

将橘红 2 号标准系列工作液分别在上述色谱条件下测定相应的峰面积，以标准工作液的浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。在相同的液相色谱条件下，将试样溶液注入液相色谱仪中，以保留时间±2.5%定性，以峰面积定量。

6.5 空白试验

除不加试样外，均按上述测定步骤进行，并确认不含有干扰试验的物质。

7 结果的表述

试样中柑橘红 2 号的含量按式（1）计算：

$$X = \frac{c \times V \times 1000}{m \times 1000} \times f \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X —试样中柑橘红2号的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c —待测组分浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V —加入乙腈体积，单位为毫升（mL）；

m —试样质量，单位为克（g）；

f —稀释因子。

注：计算结果保留两位有效数字。

8 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算术平均值的10%。



附录 A
(资料性附录)
柑橘红 2 号标准色谱图



