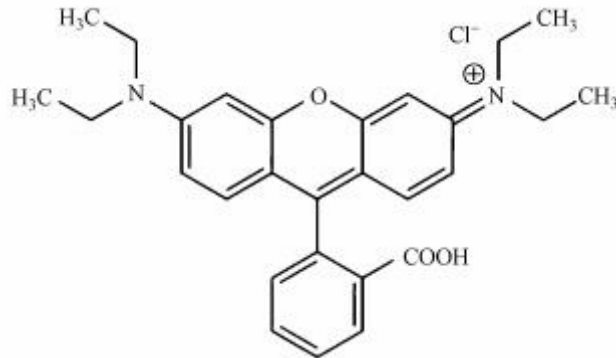


食品中罗丹明 B 的提取与检测（SelectCore MCX 固相萃取柱）

背景

罗丹明 B（Rhodamine B），又称玫瑰红 B，或碱性玫瑰精，俗称花粉红，是一种具有鲜桃红色的人工合成的染料。经老鼠试验发现，罗丹明 B 会引致皮下组织生肉瘤，被怀疑是致癌物质。罗丹明 B 在溶液中有强烈的荧光，用作实验室中细胞荧光染色剂、有色玻璃、特色烟花爆竹等行业。曾经用作食品添加剂，但是后来实验证明罗丹明 B 会致癌，现在已不允许用作食品染色。



罗丹明 B 结构式

适用范围

参考《2020 年版国家食品安全监督抽检实施细则》中新增的罗丹明 B 的抽检方法，即《BJS 201905 食品中罗丹明 B 的测定》，适用于半固体调味料、花椒及花椒粉、花椒油、牛肉干、蜜饯、水果干等。

实验步骤

1、试剂配制样品提取

0.1%甲酸水：取甲酸 1 mL，用水稀释至 1000 mL。

0.1%甲酸甲醇水：取甲酸 1 mL，用 50%的甲醇水稀释至 1000 mL。

0.1%甲酸乙腈水：取甲酸 0.1 mL 和 35 mL 的乙腈，用水稀释至 100 mL。

5%氨水甲醇：取氨水 5 mL，用甲醇稀释至 100 mL。

2、样品提取

称取样品 2 g 于 50 mL 离心管中，加入 10 mL 0.1%的甲酸甲醇水溶液，涡旋混合 30 s，以 4000 r/min 离心 10 min，取 3 mL 上清液过 0.45 μm 滤膜后待净化。

3、净化

SPE 柱：SelectCore MCX 60mg/3mL，

活化：依次使用 3 mL 甲醇、3 mL 水活化；

上样：加入待净化液，弃去流出液；

淋洗：依次使用 3 mL 0.1%甲酸水、3 mL 水和 3 mL 甲醇淋洗，弃去淋洗液；

洗脱：用 6.0 mL 5%氨水甲醇溶液洗脱，收集全部洗脱液；

洗脱液于 45 °C 氮气下吹干，用 1 mL 0.1%甲酸乙腈水溶液溶解残余物，涡旋混匀，过 0.22 μm 微孔有机滤膜，供高效液相色谱仪测定。

3、液相色谱仪器条件

Column: ChromCore C18 3 μm

Dimension: 4.6×100 mm

Mobile Phase: A, 0.1%甲酸水 B, ACN

Gradient:

t(min):	A	B
0	65	35
2	65	35
6	40	60
7.5	30	70
8	65	35
10	65	35

Flow Rate: 1.0 mL/min

Temperature: 35 °C

Injection: 10 μL

Excitation wavelength: 550 nm

emission wavelength: 580 nm

实验谱图及加标回收率数据

实验谱图

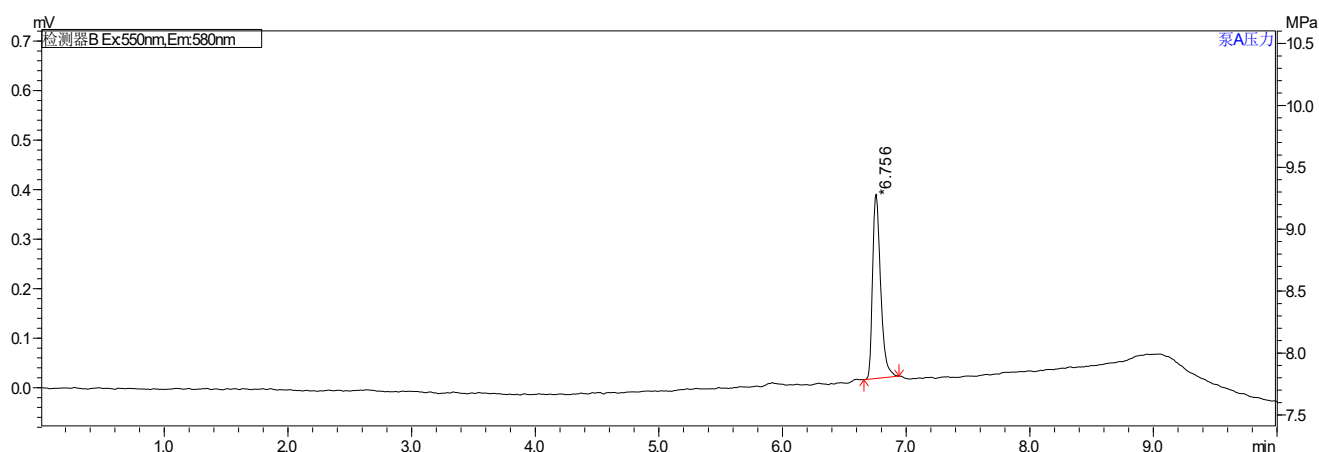


图 1: 罗丹明 B 标准品色谱图 (0.01 μg/mL)

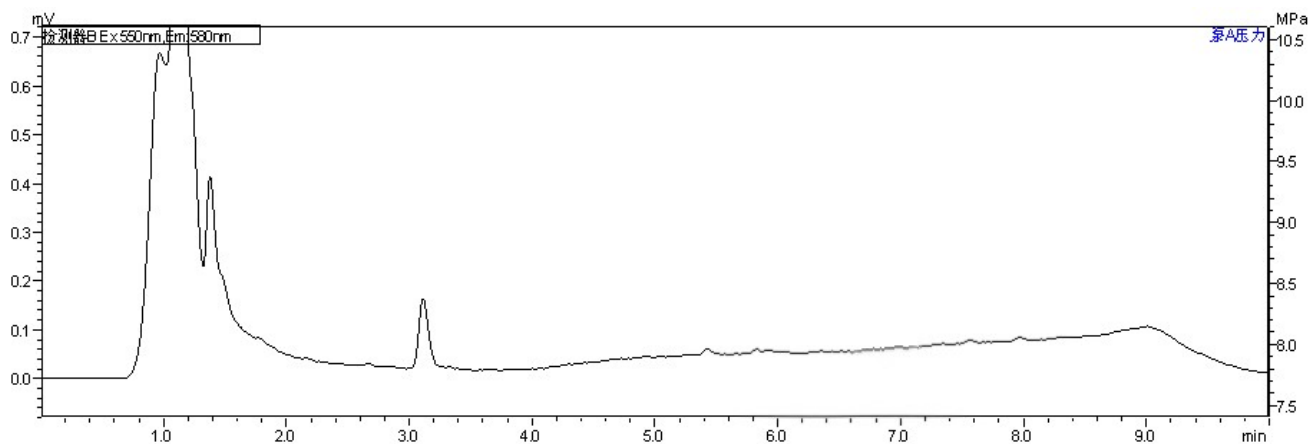


图 2: 火锅底料样品经 MCX 固相萃取柱净化色谱图

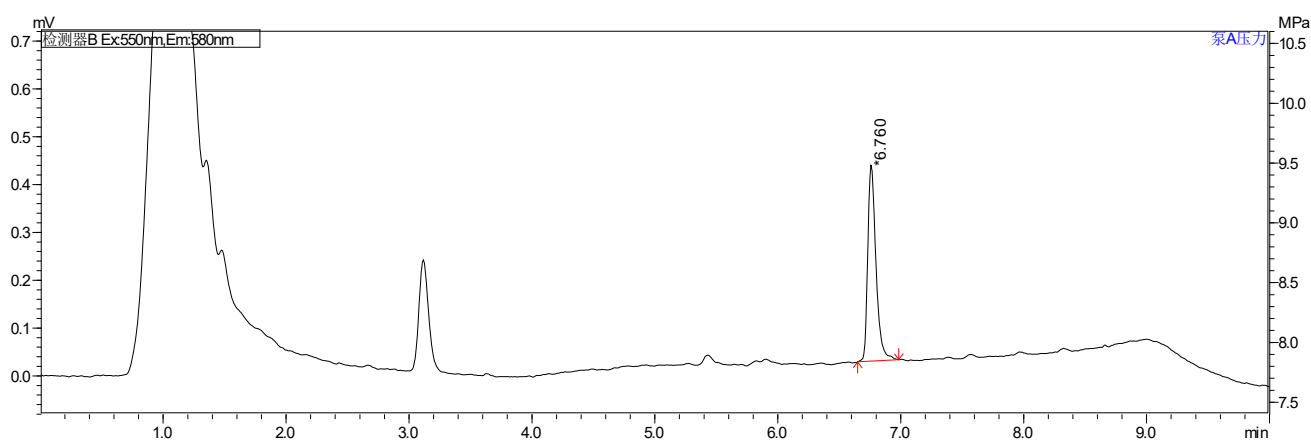


图 3: 火锅底料加标 (加标量 0.005 mg/kg) 经 MCX 固相萃取柱净化色谱图

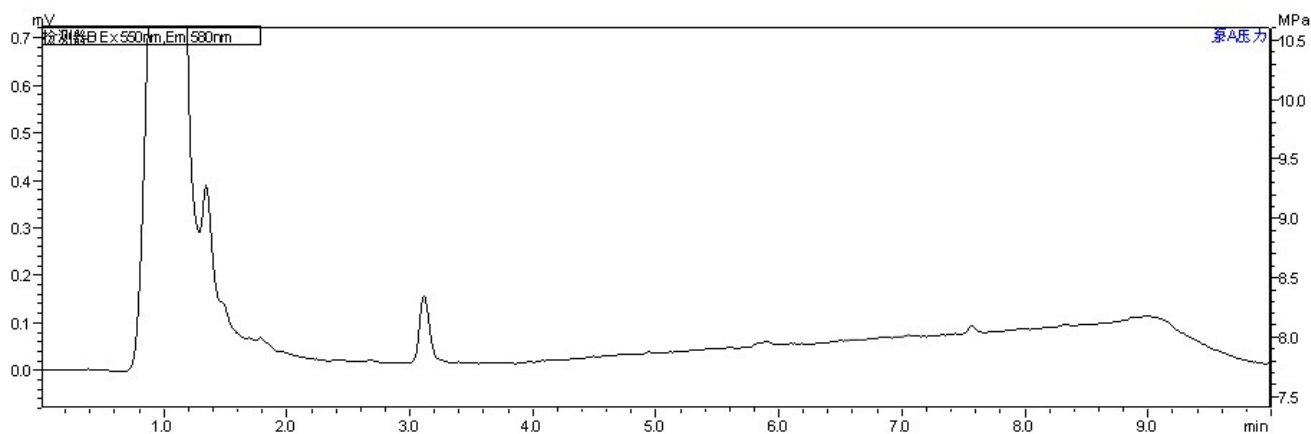


图 5: 辣椒酱样品经 MCX 固相萃取柱净化色谱图

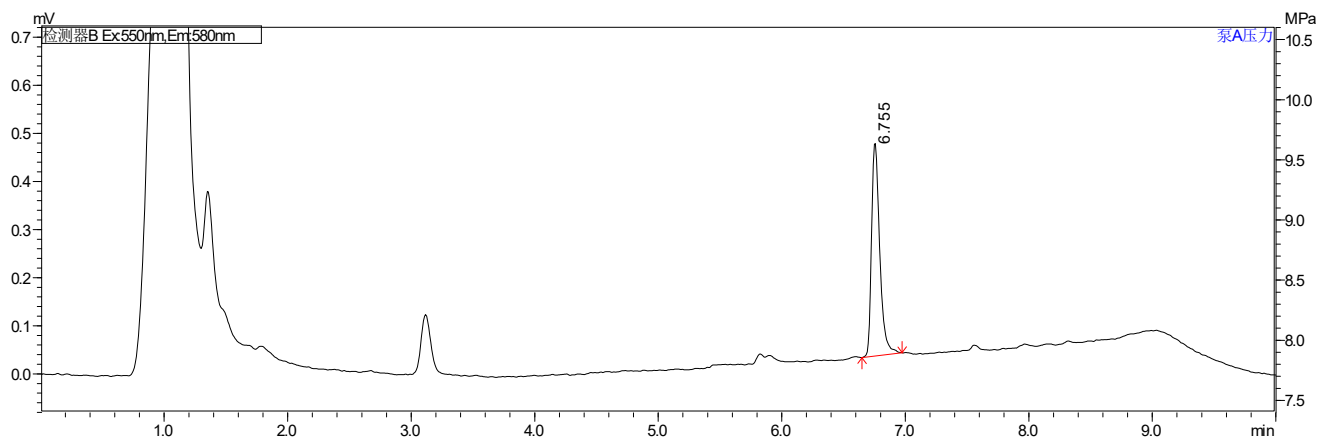


图 6: 辣椒酱加标 (加标量 0.005 mg/kg) 经 MCX 固相萃取柱净化色谱图

加标回收率数据

加标量	火锅底料回收率	辣椒酱回收率
0.005 mg/kg	88.93%	96.61%

实验结论

由实验数据和图谱可以看出, 用纳谱分析的 SelectCore MCX 小柱和 ChromCore C18 色谱柱, 使得实验结果回收率较高, 分离度良好, 且整体峰形也没有过多杂质干扰, 符合检测标准。