

固相萃取-高效液相色谱法同时测定食品中 16种禁限用色素

胡江涛¹, 刘兴睿¹, 何成艳², 俞凌云^{1*}, 陈艺锋¹, 李丹丹¹, 于刚¹

(1. 成都海关技术中心, 食品安全检测四川省重点实验室, 成都 610041; 2. 成都中医药大学, 成都 611137)

摘要: **目的** 建立一种高效、准确、同时测定食品中 16 种禁限用色素(柠檬黄、新红、苋菜红、胭脂红、日落黄、酸性品红 6B、诱惑红、酸性红 13、丽春红 2R、丽春红 SX、酸性橙 I、赤藓红、酸性黄 11、酸性蓝 113、罗丹明 B、分散红 1)的方法。**方法** 待测样品先后经 0.5%氨水和乙醇+氨水+水提取、经 Oasis HLB 固相萃取柱净化后,以 Eclipse XDB C18(150 mm×4.6 mm, 5 μm)为分离柱,甲醇和 10 mmol/L 乙酸铵为流动相进行梯度洗脱,流速为 0.8 mL/min,检测波长为 470、520、550 和 490 nm 的条件下用高效液相色谱法进行测定,外标法定量。**结果** 16 种禁限用色素在此次方法下有较好的线性关系($r \geq 0.9997$),检出限($S/N=3$)为 33.0~144.0 μg/L。**结论** 本研究建立的固相萃取-高效液相色谱法可以同时测定食品中 16 种禁限用色素,且方法高效、准确。

关键词: 固相萃取; 高效液相色谱; 禁限用色素; 食品

Simultaneous determination of 16 prohibited pigments in food by solid phase extraction and high performance liquid chromatography

HU Jiang-Tao¹, LIU Xing-Rui¹, HE Cheng-Yan², YU Ling-Yun^{1*}, Cheng Yi-Feng¹,
LI Dan-Dan¹, YU Gang¹

(1. Food Safety Detection Key Laboratory of Sichuan Province, Technical Center of Chengdu Customs, Chengdu 610041, China; 2. Chengdu University of Traditional Chinese Medicine, Chengdu 611137, China)

ABSTRACT: Objective To establish an efficient, accurate and simultaneous determination of 16 prohibited and restricted pigments in food (lemon yellow, new red, amaranth, carmine, sunset yellow, acid fuchsin 6B, temptation red, acid red 13, Ponceau 2R, Ponceau SX, acid orange I, erythrin, acid yellow 11, acid blue 113, rhodamine B, disperse red 1). **Methods** The samples were extracted by 0.5% ammonia water and ethanol+ammonia water and purified by Oasis HLB solid phase extraction column, and then determined by high performance liquid chromatography and quantified by external standard method. The separation column was Eclipse XDB C₁₈ (150 mm×4.6 mm, 5 μm), methanol and 10 mmol/L ammonium acetate as mobile phase for gradient elution. The flow rate was 0.8 mL/min, and the detection wavelength was 470, 520, 550 and 490 nm. **Results** Under this method, there was a good linear relationship between the 16 prohibited and restricted pigments ($r < 0.9997$), and the

基金项目: 四川省科技项目(2017SZ0091)、四川局科技项目(SK201708)

Fund: Supported by Sichuan Science and Technology Project (2017SZ0091) and Science and Technology Projects of Sichuan Bureau (SK201708)

*通讯作者: 俞凌云, 高级工程师, 主要研究方向为消费品安全检测。E-mail: yulingyunhao@163.com

*Corresponding author: YU Ling-Yun, Senior Engineer, Technical Center of Chengdu Customs, No. 28, South Section 4, First Ring Road, Chengdu 610041, China. E-mail: yulingyunhao@163.com

detection limit ($S/N=3$) was 33.0–144.0 g/L. **Conclusion** The established solid phase extraction-high performance liquid chromatography method can simultaneously determine 16 prohibited and restricted pigments in food with high efficiency and accuracy.

KEY WORDS: solid phase extraction; high performance liquid chromatography; prohibited and restricted pigments; food

1 引言

随着生活水平的提高,食品中加入合成色素已成为普遍现象,与天然色素相比,合成色素具有价格便宜、色泽鲜艳、着色力强、性质稳定等特点,受到广大食品加工企业的青睐。合成色素部分是从煤焦油中分离出来的苯胺染料为原材料,经过一系列化学工艺合成的一类工业产品,目前已广泛应用于糖果、水果制品、糕点和饮料等食品的着色^[1]。大部分食用合成色素不但不能供给人体所需营养,长期食用还可能影响肝肾功能、产生遗传毒性和致癌性等,给人们的健康造成危害。

目前,用于食品中色素的检测方法主要有高效液相色谱法、高效液相色谱-质谱联用法、离子色谱法、薄层色谱、毛细管电泳、微分脉冲极谱法、伏安法^[2]。但是大多数方法集中在对 1~2 种物质的检测,而且很多前处理很浪费时间,或不能用于复杂的基质,灵敏度不高,高效液相色谱有很好的灵敏度和选择性,而且梯度洗脱可以用于复杂食品。

本研究根据合成色素的结构特点^[3],采用固相萃取法作为前处理方法,利用高效液相色谱分离速率更快、分辨率和灵敏度更高,更适用于复杂基质成分的分离特点^[4],建立固相萃取-高效液相色谱法同时测定食品中 16 种禁限用色素,以期为实验室检测及方法研究的相关人员提供参考。

2 材料与方法

2.1 试剂、材料与仪器

乙腈、甲醇、甲酸(色谱纯,美国 Fisher 公司);氨水、乙醇(分析纯,国药集团化学试剂有限公司);Oasis HLB 固相萃取柱(60 mg/3 mL,北京吉瑞森科技有限责任公司)。

16 种禁限用色素标准品:柠檬黄、新红、苋菜红、胭脂红、日落黄、酸性品红 6B、诱惑红、酸性红 13、丽春红 2R、丽春红 SX、酸性橙 I、赤藓红、酸性黄 11、酸性蓝 113、罗丹明 B、分散红 1(纯度大于等于 90%,德国 Dr.Ehrenstorfer 公司)。

Agilent 1200 高效液相色谱仪(美国安捷伦公司);ME3002 分析天平(瑞士梅特勒公司);XW-80A 涡旋混合器(中国泸西公司);B8500S-DTH 超声波清洗器(中国必能信公司);3H20RI 离心机(中国赫西公司);聚丙烯具塞离心管(50 mL,赛默飞世尔有限公司);玻璃具塞离心管(10 mL,

四川蜀玻(集团)有限责任公司);DC12H 氮吹仪(中国安谱公司)。

2.2 实验方法

2.2.1 配置标准储备溶液

16 种禁限用色素标准储备溶液:分别准确称取 16 种禁限用色素标准品(精确至 0.1 mg),用甲醇配制成浓度为 1.0 mg/mL 的标准储备液,置-18 °C 冰箱中保存。

2.2.2 配制标准应用溶液

16 种禁限用色素标准应用溶液:根据需要用甲醇将各标准储备溶液(2.2.1)稀释配成适当浓度的 16 种禁限用色素混合标准应用液,临用现配。

除另有说明外,本方法所用试剂为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

2.2.3 样品前处理方法

(1) 提取

准确称取食品样品 2.0 g,先用 0.5%的氨水溶液(V/V)10.0 mL 超声提取 15.0 min,以 10000 r/min 的速度离心 5 min,收集上清液,残渣再用 10.0 mL 乙醇+氨水+水(7:0.1:2.9, V/V/V)溶液超声提取 15 min,以 10000 r/min 的速度离心 5 min,收集上清液,合并 2 次上清液,用水定容至 20.0 mL,混匀备用。

(2) 净化

准确移取 2.0 mL 上述提取液,在 40 °C 下经 N₂ 吹干后,用 2% 乙腈水溶液(V/V) 3.0 mL 溶解残渣,用甲酸调节其 pH 为 2.0,待上柱。分别用 3.0 mL 甲醇和水活化 Oasis HLB 固相萃取柱,上样,控制样品过柱速度为 30 滴/min。分别用 1% 氨水甲醇溶液 3.0 mL 和 1.0 mL 甲醇洗脱固相萃取柱,收集洗脱液,待浓缩。

(3) 浓缩

收集上述洗脱液,在 40 °C 下经 N₂ 吹干后,用 10% 甲醇-水溶液(V/V)定容至 1.0 mL,混匀,待进样分析。

(4) 色谱分离条件

色谱柱: Eclipse XDB C₁₈(150 mm×4.6 mm, 5 μm);柱温: 35 °C;紫外检测器,采用波长切换进行测定,其中柠檬黄和新红在 470 nm 处测定,苋菜红、胭脂红、日落黄、酸性品红 6B、诱惑红、酸性红 13、丽春红 2R、丽春红 SX、酸性橙 I、赤藓红在 520 nm 处测定,在 390 nm 处检测酸性黄 11,在 550 nm 处检测酸性蓝 113,罗丹明 B 和分散红 1 在 490 nm 处进行测定;进样量 20 μL;流速: 0.8 mL/min;流动相: 甲醇+10 mmol/L 乙酸钠,梯度洗脱程序见表 1:

表 1 16 种色素测定的梯度洗脱程序
Table 1 Gradient elution procedure for determination of 16 pigments

时间/min	甲醇/%	10 mmol/L 乙酸铵/%
0.0	10	90
5.0	20	80
12.0	85	15

(5) 标准溶液

分别取 16 种色素标准储备液用超纯水配制成 6 个不同浓度的混合标准应用液(1.25~50.00 mg/L),按照前述的高效液相色谱分离条件由低浓度到高浓度分别进样分析。

(6) 样品测定

在优化的色谱条件下,分别进样测定,根据迁移时间定性,峰面积标准曲线法定量。食品中禁限用的含量按下式进行计算:

$$X = \frac{2C \times V}{m} \times k。$$

式中: X 为食品中色素的含量, mg/kg;

C 为从标准曲线上查到的进样液的该染料的含量, mg/L;

V 为定容体积, mL;

m 为分析时所取样品的质量, g;

k 为稀释因子。

3 结果与分析

3.1 仪器条件优化

3.1.1 检测波长选择

对 16 种禁限用合成色素在 190~600 nm 范围内进行波长扫描。绝大多数待测物质在 200 nm 左右有最大吸收,但在此波长下进行样品测定会产生较大干扰。为了确保在同时测定该 16 中色素时均能得到较好的灵敏度,本实验采用波长切换的方式进行测定,即柠檬黄和新红在 470 nm 处测定,苋菜红、胭脂红、日落黄、酸性品红 6B、诱惑红、酸性红 13、丽春红 2R、丽春红 SX、酸性橙 I、赤藓红在 520 nm 处测定,在 390 nm 处检测酸性黄 11、在 550 nm 处检测酸性蓝 113,罗丹明 B 和分散红 1 在 490 nm 处进行测定。

3.1.2 色谱柱的选择

实验考察了 ZORBAX SB-C₁₈(150 mm×4.6 mm, 5 μm) 和 Eclipse XDB C₁₈(150 mm×4.6 mm, 5 μm)2 种色谱柱对 16 种禁限用合成色素的分离效果,实验发现罗丹明 B 和分散红 1 在 ZORBAX SB-C₁₈ 上分离时有较严重的拖尾现象,用 Eclipse XDB C₁₈ 色谱柱进行分离时 16 种色谱峰峰形均比 ZORBAX SB-C₁₈ 色谱柱好,因此本实验选用 Eclipse XDB C₁₈(150 mm×4.6 mm, 5 μm) 色谱柱进行分离。

3.1.3 流动相的优化

食品中色素的测定多采用甲醇、乙酸铵作为流动相中的有机相和水相^[5]。实验考察了甲醇和乙腈分别作为流动相中的有机相对 16 种禁限用合成色素的分离效果,由实验结果得知甲醇的分离效果优于乙腈,且甲醇具有低毒性和成本低等特点,因此实验采用甲醇作为流动相中的有机相。

由于待测的 16 种合成色素绝大部分是酸性的水溶性色素,在流动相中加入适量的乙酸铵可改善分离效果、增加灵敏度^[6]。由实验得知,当乙酸铵浓度为 10 mmol/L 时,16 种待测色素均能实现基线分离且分离度较好。因此本实验选用 10 mmol/L 乙酸铵作为流动相中的水相。

流动相的组成比例变化会直接影响到待测物的分离。用甲醇和 10 mmol/L 乙酸铵作为流动相进行等度洗脱时 16 种待测色素不能实现基线分离,因此采用梯度洗脱的方式进行分离。经过多次实验,确定了最优的洗脱程序如表 2 所示。A 是甲醇, B 是 10 mmol/L 乙酸铵。

表 2 16 种色素测定的梯度洗脱程序
Table 2 The gradient elution program for the detection of sixteen pigments

时间/min	A/%	B/%
0.0	10	90
5.0	20	80
12.0	85	15

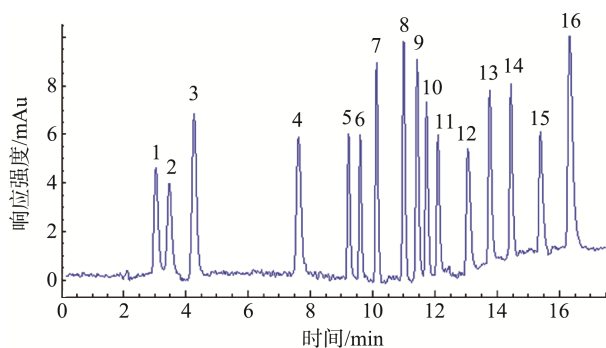
3.1.4 流动相流速的选择

在高效液相色谱法里,流速会对分离造成影响。梯度洗脱时,由于流速的变化,待测物所经历的流动相的极性的变化会不同,影响待测物在色谱柱上的分离效果^[7,8]。随着流速降低,16 种待测物的分离度逐渐改善,当流速低至 1.0 mL/min 时,所有待测物均能实现基线分离。为了避免样品基底对待测物出峰的干扰以及对分析灵敏度的要求,本实验选择分析流速为 0.8 mL/min,分离在 17 min 内完成。

3.1.5 柱温的选择

温度的变化可以引起待测物在流动相和固定相间分配系数的变化,通过改变柱温可以改善待测物间的分离;同时当柱温增高时,传质阻力减小,柱效提高。但柱温升高会造成固定相的流失,色谱柱的使用寿命会缩短,柱温一般不超过 60 °C^[9,10]。柱温变化对酸性蓝 113 和罗丹明 B 之间的分离度影响较明显,当柱温低于 30 °C 时,酸性蓝 113 和罗丹明 B 不能实现基线分离。当柱温达到 30 °C 时两者能够实现分离,继续升高柱温,分离度继续改善。由于柱温升高还可以缩短分析时间,综合考虑本实验选择柱温为 35 °C。

在综上优化后的高效液相色谱条件下,16 种禁限用色素混合标准溶液的高效液相色谱图如图 1 所示。



注: 峰号: 1. 柠檬黄; 2. 新红; 3. 苋菜红; 4. 胭脂红; 5. 日落黄; 6. 酸性品红 6B; 7. 诱惑红; 8. 酸性红 13; 9. 丽春红 2R; 10. 丽春红 SX; 11. 酸性橙 I; 12. 赤藓红; 13. 酸性黄 11; 14. 酸性蓝 113; 15. 罗丹明 B; 16. 分散红 1。

图 1 混合标准溶液的高效液相色谱图(1.0 µg/mL)

Fig.1 The chromatogram of the mixed standard solution (1.0 µg/mL)

3.2 样品前处理优化

3.2.1 提取溶剂

16 种禁限用合成色素理化性质相似, 均为水溶性色素, 常用的提取水溶性色素的溶剂有甲醇、乙腈、水、乙醇、丙酮一定体积比的氨水-甲醇、氨水-乙腈混合溶液。实验又考察了不同体积比的甲醇水和乙腈水对 16 种目标物质的提取效率的影响, 由实验结果得知随着甲醇或乙腈比例的增加, 赤藓红、酸性黄 11、酸性蓝 113、罗丹明 B 及分散红 1 的回收率逐渐提高, 但是当乙腈与水体积比达到 4:6 时, 只有赤藓红、酸性蓝 113 和分散红 1 有回收; 当甲醇与水体积比达到 4:6 时, 柠檬黄、新红和苋菜红回收率极低, 调节甲醇、乙腈与水的比例都无法同时满足 16 种待测物质的回收率要求。当实验考察用 0.5% 氨水单独进行提取时, 酸性橙 I、赤藓红、罗丹明 B 及分散红 1 的回收率低于 50.0%。

3.2.2 固相萃取柱的选择

国标 GB/T 5009.35-2003 食品中合成着色剂的测定方法中, 样品前处理采用的是聚酰胺固相萃取法。聚酰胺作为弱极性固相萃取材料, 被广泛应用于食品样品前处理中^[11-13]。此外现有色素检测方法研究中, Waters Oasis WAX 柱也常用于样品前处理^[14,15]。本研究比较了 Proclut PWA 固相萃取柱和 Oasis HLB 固相萃取柱对实验结果的影响, 由实验结果得知, Proclut PWA 固相萃取柱和 Oasis HLB 固相萃取柱对 16 种待测物质均有良好的分离纯化作用, 回收率符合分析方法的要求, 但在使用 Proclut PWA 固相萃取柱时洗脱液的用量是 Oasis HLB 固相萃取柱的 2 倍, 不利于浓缩处理, 因此本实验选择用 Oasis HLB 固相萃取柱对样品提取液进行净化浓缩。

3.2.3 样液过柱时 pH 的选择

在萃取过程中, 混合型阴离子固相萃取柱对目标物

质的吸附效率与过柱样液 pH 有关^[16]。实验考察了 pH 在 2~7 范围内对吸附效率的影响。在中性及碱性条件下, 固相萃取柱的阴离子交换位点减少, 与目标物质间的库仑力减弱, 对目标物质的吸附能力下降。随着 pH 值降低固相萃取柱对胭脂红、丽春红 SX、酸性蓝 113 和分散红 1 的吸附率增加。因此为了提高方法的准确性, 选择过柱时样液的 pH 为 2。

3.2.4 洗脱液的优化

16 种禁限用合成色素通过库仑力和反相作用力被吸附保留在固相萃取柱中, 仅使用弱极性有机溶剂只能破坏反相作用力, 而不能有效地将目标化合物洗脱下来。若添加一定量的氨水, 氨水可中和离子交换位点的质子, 使其变为中性, 打断作用基团与目标化合物之间的库仑力, 同时弱极性有机溶剂能破坏反相作用力, 使目标化合物被顺利洗脱下来。实验发现即使改变氨水-甲醇体积比例, 罗丹明 B、分散红 1 也不能被有效地洗脱下来, 但用甲醇单独洗脱时可有效地将罗丹明 B、分散红 1 洗脱下来。因此进一步比较了不同体积(1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL)氨水-甲醇(1:99, V/V)与不同体积(1.0、2.0、3.0 mL)甲醇联合使用的洗脱效率。由实验结果得知, 当采用 3.0 mL 氨水-甲醇(1:99, V:V)同 1.0 mL 甲醇洗脱时, 16 种待测物质的回收率达到 80%以上, 因此选用 3.0 mL 氨水-甲醇(1:99, V:V)和 1.0 mL 甲醇作为洗脱液。

3.3 方法性能指标

3.3.1 方法的线性范围、回归方程、检出限

用 10% 甲醇水稀释 16 种混合标准使用液, 在优化的条件下进行测定, 以标准物质的质量浓度为横坐标, 以峰面积为纵坐标建立标准线性方程, 以基线噪声的 3 倍信号响应值计算方法检出限(limit of detection, LOD), 结果见表 3。其中, 柠檬黄、新红、胭脂红、日落黄、酸性品红 6B、酸性红 13、丽春红 2R、丽春红 SX、酸性橙 I、酸性黄 11、酸性蓝 113、分散红 1 的质量浓度范围为 0.10~50.00 µg/mL, 诱惑红和赤藓红的质量浓度范围为 0.05~25.0 µg/mL, 罗丹明 B 的质量浓度范围为 0.02~25.00 µg/mL。实验表明, 该 16 种物质在此浓度范围内有较好的线性关系($r \geq 0.9997$), 检出限($S/N=3$)为 33.0~144.0 µg/L。

3.3.2 方法准确度和精密度

分别在辣椒面和火锅底料样品中添加 2 个质量浓度水平的混合标准进行加标回收和精密度试验, 实验结果见表 4。辣椒面和火锅底料的加标平均回收率为 80.0%~99.0%, 加标样品 5 次平行测定的相对标准偏差为 2.29%~7.57%。

3.4 方法应用

用所建立的固相萃取-高效液相色谱法应用于辣椒面、果冻、饮料、火锅底料、豆腐干等多种食品中柠檬黄、新红、苋菜红、胭脂红、日落黄、酸性品红 6B、诱惑红、

酸性红 13、丽春红 2R、丽春红 SX、酸性橙 I、赤藓红、酸性黄 11、酸性蓝 113、罗丹明 B、分散红 1 这 16 种禁限用色素的分析检测,其中果冻样品中检测出诱惑红含量为 0.76 mg/kg, 低于国家标准的使用限量要求。其余样品中没

有目标物质被测出。为了验证方法的适用性,通过往空白样品中加入一定量的混标制成模拟样,用该方法进行检测,标准溶液色谱图见图 1,空白样品色谱图和加标样品色谱图见图 2。

表 3 方法的线性范围、回归方程、相关系数、检出限

Table 3 The linear ranges, regression equations, correlation coefficients, limits of detection and of this method

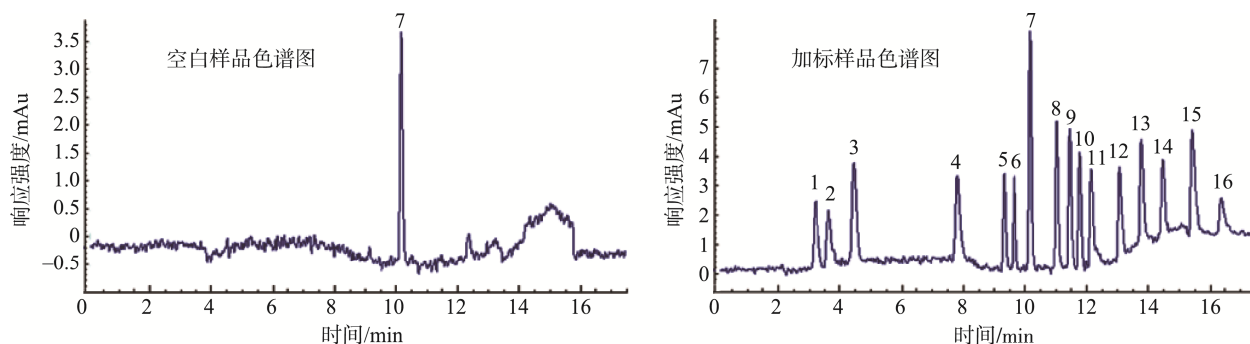
色素	回归方程	相关系数 r	检出/($\mu\text{g/L}$)	线性范围/($\mu\text{g/mL}$)
柠檬黄	$Y=39.90X+6.425$	0.9997	97.7	0.10~50.0
新红	$Y=37.90X+3.775$	0.9997	100.0	0.10~50.0
苋菜红	$Y=68.18X+17.79$	0.9998	52.9	0.10~50.0
胭脂红	$Y=57.94X+16.40$	0.9997	107.1	0.10~50.0
日落黄	$Y=36.87X+2.771$	0.9997	50.0	0.10~50.0
酸性品红 6B	$Y=35.17X+1.607$	0.9998	76.3	0.10~50.0
诱惑红	$Y=54.25X+2.275$	0.9997	66.7	0.05~25.0
酸性红 13	$Y=60.69X+0.514$	0.9997	60.6	0.10~50.0
丽春红 2R	$Y=59.65X+0.649$	0.9999	33.0	0.10~50.0
丽春红 SX	$Y=48.30X+0.196$	0.9997	41.7	0.10~50.0
酸性橙 I	$Y=40.75X+6.778$	0.9997	41.4	0.10~50.0
赤藓红	$Y=50.65X-2.091$	0.9999	94.1	0.05~25.0
酸性黄 11	$Y=54.61X-5.489$	0.9997	85.7	0.10~50.0
酸性蓝 113	$Y=58.15X-4.975$	0.9998	67.6	0.10~50.0
罗丹明 B	$Y=64.80X-8.647$	0.9997	144.0	0.02~25.0
分散红 1	$Y=75.19X+16.70$	0.9998	55.2	0.10~50.0

表 4 方法的加标回收率($n=5$)

Table 4 Recoveries of the method ($n=5$)

色素	辣椒面				火锅底料		
	本底值/(mg/kg)	加标量/(mg/kg)	测定值/(mg/kg)	回收率/%	测定值/(mg/kg)	回收率/%	RSD/%
柠檬黄	ND	0.50	0.48	96.6	0.49	99.0	6.23
新红	ND	0.50	0.47	94.4	0.45	90.4	6.14
苋菜红	ND	0.50	0.48	95.0	0.46	93.0	2.80
胭脂红	ND	0.50	0.44	88.8	0.45	89.8	4.05
日落黄	ND	0.50	0.47	93.2	0.48	95.2	5.68
酸性品红 6B	ND	0.50	0.43	85.2	0.46	92.4	5.41
诱惑红	ND	0.25	0.22	86.8	0.24	96.8	4.64
酸性红 13	ND	0.50	0.46	92.8	0.46	91.6	2.67
丽春红 2R	ND	0.50	0.46	91.0	0.49	98.2	2.29
丽春红 SX	ND	0.50	0.42	84.0	0.48	96.4	4.81
酸性橙 I	ND	0.50	0.41	82.6	0.43	87.8	7.57
赤藓红	ND	0.25	0.20	80.0	0.24	97.2	3.97
酸性黄 11	ND	0.50	0.46	91.2	0.42	83.0	4.73
酸性蓝 113	ND	0.50	0.41	81.0	0.40	80.8	3.61
罗丹明 B	ND	0.10	0.08	82.0	0.08	83.0	3.32
分散红 1	ND	0.50	0.41	81.6	0.41	82.6	4.03

ND: 未检出。



注: 峰号: 1. 柠檬黄; 2. 新红; 3. 苋菜红; 4. 胭脂红; 5. 日落黄; 6. 酸性品红 6B; 7. 诱惑红; 8. 酸性红 13; 9. 丽春红 2R; 10. 丽春红 SX; 11. 酸性橙 I; 12. 赤藓红; 13. 酸性黄 11; 14. 酸性蓝 113; 15. 罗丹明 B; 16. 分散红 1。

图 2 标准溶液色谱图、空白样品色谱图和加标样品色谱图

Fig.2 Standard solution chromatogram, blank sample chromatogram and labeled sample chromatogram

4 结论

固相萃取法能对混合色素进行快速分离, 高效液相色谱法由快速、灵敏、分离效果好等优点, 本研究采用固相萃取-高效液相色谱法, 测定食品中 16 种禁限用色素, 该方法高效、准确, 能够同时对食品中的 16 种禁限用色素进行分析, 实现了一个液相系统同时分析 10 种以上合成色素的快速测定。结果表明, 本方法在精密度、准确度及检出限等方面都能够满足食品中 16 种禁限用色素的同时测定, 建立了一种固相萃取-高效液相色谱法同时测定食品中 16 种禁限用色素的方法。

参考文献

- [1] 李晶, 徐济仓, 缪明明, 等. 固相萃取-超高效液相色谱/串联质谱同时检测饮料中 13 种禁限用食品添加剂[J]. 分析科学学报, 2013, 29(4): 49-53.
Li J, Xu JC, Miu MM, *et al.* Simultaneous determination of 13 prohibited food additives in beverages by solid phase extraction-ultra-high performance liquid chromatography/tandem mass spectrometry [J]. *J Anal Sci*, 2013, 29(4): 49-53.
- [2] 王琳, 王铁松, 郑洁, 等. 高效离子迁移谱在 17 种禁限用合成色素快速检测中的应用研究[J]. 现代科学仪器, 2015, (6): 112-119.
Wang L, Wang TS, Zheng J, *et al.* Application of high performance ion migration spectroscopy in rapid detection of 17 forbidden and restricted synthetic pigments [J]. *Mod Sci Inst*, 2015, (6): 112-119.
- [3] 赵延胜, 董英, 张峰, 等. 食品中 46 种禁限用合成色素的分级提取净化体系研究[J]. 分析化学, 2012, 40(2): 249-256.
Zhao YS, Dong Y, Zhang F, *et al.* Study on the graded extraction and purification system of 46 prohibited and restricted synthetic pigments in food [J]. *Anal Chem*, 2012, 40(2): 249-256.
- [4] 吕东明, 丁云连, 詹晨, 等. 超高效液相色谱/四极杆-飞行时间质谱法检测 22 种禁用和限用合成色素[J]. 现代仪器与医疗, 2013, (2): 52-56.
Lu DM, Ding YL, Zhan S, *et al.* Ultra high performance liquid chromatography/quadrupole-time of flight mass spectrometry for the detection of 22 prohibited and restricted synthetic pigments [J]. *Mod Instrum Med Sci*, 2013, (2): 52-56.
- [5] 肖锋, 赵琼晖, 吕行, 等. 高效液相色谱法同时测定糖果中喹啉黄等 9 种禁限用合成色素[J]. 湘潭大学自然科学学报, 2014, 36(3): 86-89.
Xiao F, Zhao QH, Lv X, *et al.* Simultaneous determination of nine prohibited synthetic pigments such as quinoline yellow in candy by high performance liquid chromatography [J]. *J Nat Sci Xiangtan Univ*, 2014, 36(3): 86-89.
- [6] 黄志强, 王飞, 俞文妍, 等. 固相萃取-液相色谱法测定蜜饯中 7 种常见合成色素[J]. 食品安全质量检测学报, 2015, 6(5): 1941-1947.
Huang ZQ, Wang F, Yu WY, *et al.* Determination of 7 kinds of synthetic pigments in preserved fruits by solid-phase extraction-high performance liquid chromatography [J]. *J Food Saf Qual*, 2015, 6(5): 1941-1947.
- [7] 胡立立, 杨蝉, 史慧, 等. HPLC-DAD 法测定粗粮馒头中 6 种合成色素[J]. 食品科学, 2014, 35(2): 232-236.
Li HU, Yang C, Shi H, *et al.* Determination of six kinds of synthetic pigments in chinese steamed bread of coarse grains by high performance liquid chromatography with diode array detection [J]. *Food Sci*, 2014, 35(2): 232-236.
- [8] Zhu S, Zhou J, Jia H, *et al.* Liquid-liquid microextraction of synthetic pigments in beverages using a hydrophobic deep eutectic solvent [J]. *Food Chem*, 2018, 243: 351.
- [9] Lin L, Yang C, Jian ZY. Determination of six synthetic pigments in compound wine by HPLC [J]. *Agric Sci Technol*, 2017, 18(3): 514-515.
- [10] 王玉辉, 康菁, 王涛, 等. 液相色谱法测定葡萄酒中柠檬黄、苋菜红、胭脂红、日落黄含量结果的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2017, 8(1): 280-285.
Wang YH, Kang J, Wang T, *et al.* Uncertainty evaluation for determination of tartrazine, amaranth, carmine, sunset yellow in grape wine by high performance liquid chromatography [J]. *J Food Saf Qual*, 2017, 8(1): 280-285.
- [11] Hee ML, Ji SY, Hae WL, *et al.* Simultaneous determination of

- preservatives, artificial sweeteners, and synthetic dyes in kimchi by ultra-performance liquid chromatography electrospray ionization tandem mass spectrometry (UPLC-ESI-MS/MS) [J]. *Anal Letters*, 2019, (5): 1–12.
- [12] 张杉. 高效液相色谱-质谱联用技术测定豆制品中 7 种违禁色素的残留 [J]. *食品安全质量检测学报*, 2016, 7(3): 921-926.
Zhang S. Determination of 7 kinds of prohibited pigment residues in bean products by high-performance liquid chromatography-mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2016, 7(3): 921-926.
- [13] Qian J, Yang F, Chen C, *et al.* Determination of 36 artificial pigments in foods by ultra high performance liquid chromatography and time-of-flight mass spectrometry [J]. *Food Sci*, 2013, 34(6): 215–218.
- [14] Bonan S, Fedrizzi G, Menotta S, *et al.* Simultaneous determination of synthetic dyes in foodstuffs and beverages by high-performance liquid chromatography coupled with diode-array detector [J]. *Dyes Pigments*, 2013, 99(1): 36–40.
- [15] Hu LF, Luo LG, Li RL, *et al.* Determination of five monascus pigments in meat products by high performance liquid chromatography method [J]. *Acta Agric Jiangxi*, 2012, 129: 104–106.

- [16] Zheng L, Chen J, Xu J, *et al.* Simultaneous determination and screening of five pigments in marine phytoplanktons by high performance liquid chromatography-triple quadrupole mass spectrometry [J]. *Se Pu*, 2014, 32(9): 992–998.

(责任编辑: 王 欣)

作者简介



胡江涛, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为食品理化检验。

E-mail: Hjt9171@163.com



俞凌云, 博士后, 高级工程师, 主要研究方向为消费品安全检测。

E-mail: yulingyunhao@163.com

“食源性致病微生物”专题征稿函

食源性疾病是指通过摄食而进入人体的有毒有害物质(包括生物性病原体)等致病因子所造成的疾病。近年来,由食源性致病微生物污染食物导致中毒或死亡事件在全球频发,食源性致病微生物引起的疾病已成为危害人类健康的头号杀手。食源性疾病的发病率居各类疾病总发病率的前列,是当前世界上最突出的公共健康卫生问题。

鉴于此,本刊特策划“食源性致病微生物”专题,由上海交通大学施春雷教授担任专题主编,主要围绕**食源性致病微生物新型快速检测技术、食源性致病微生物的分离与检测、食源性致病微生物的毒力与耐药性、食源性致病微生物风险评估、食源性致病微生物的监测与风险控制与监测分析、食源性致病微生物防控与风险评估**等展开论述和研究。本专题计划在 2019 年 12 月正刊出版。

鉴于您在该领域丰富的研究经历和突出的学术造诣,主编吴永宁技术总师及专题主编施春雷教授特别邀请您为本专题撰写稿件,综述、研究论文、研究简报均可,以期进一步提升该专题的学术质量和影响力。请在 2019 年 10 月 30 日前通过网站或 Email 投稿。我们将快速处理并经审稿合格后优先发表。

同时烦请您帮忙在同事之间转发一下,再次感谢您的关怀与支持!

投稿方式: 注明“**食源性致病微生物**”专题

网站: www.chinafoodj.com

E-mail: jfoodsq@126.com

《食品安全质量检测学报》编辑部