

食品中碱性橙类染料分析的前处理技术研究进展

严雨晴¹, 汪银娜¹, 陈梦婷¹, 严恒^{2,3}, 谢卫红^{1*}

(1. 湖北工业大学生物工程与食品学院, 武汉 430068; 2. 湖北省食品质量安全监督检验研究院, 武汉 430075;
3. 湖北省食品质量安全检测工程技术研究中心, 武汉 430075)

摘要: 碱性橙是一种碱性偶氮类工业染料, 禁止作为食品添加剂。由于其易上色且不易褪色, 常常被不法商贩非法添加到食品中, 对消费者的健康产生严重影响。所以, 建立对碱性橙的检测方法十分重要。前处理过程会直接影响到检测结果的准确性和可靠性, 因此前处理过程中的提取、分离及净化过程尤为重要。本文在碱性橙的检测方法、提取试剂、提取方法及碱性橙前处理中固相萃取所用材料等方面进行了综述, 并对样品前处理过程的优化做出了展望, 以为食品中碱性橙染料的安全监管提供参考意见。

关键词: 碱性橙; 前处理技术; 提取试剂; 固相萃取材料

Research progress of pretreatment techniques for the analysis of alkaline orange dyes in food

YAN Yu-Qing¹, WANG Yin-Na¹, CHEN Meng-Ting¹, YAN Heng^{2,3}, XIE Wei-Hong^{1*}

(1. College of Biotechnology and Food, Hubei University of Technology, Wuhan 430068, China; 2. Hubei Provincial Institute for Food Supervision and Test, Wuhan 430075, China; 3. Hubei Provincial Engineering and Technology Research Center for Food Quality and Safety Test, Wuhan 430075, China)

ABSTRACT: Alkaline orange is an alkaline azo industrial dye, which is prohibited as food additive. Because it is easy to color and not easy to fade, often added to food illegally by illegal traders, which has a serious impact on the health of consumers. Therefore, it is very important to establish a detection method for alkaline orange. The pretreatment process can directly affect the accuracy and reliability of the results, so the extraction, separation and purification process in the pretreatment process of alkaline orange is particularly important. This article reviewed the detection methods, extraction reagents, extraction methods and SPE materials used in alkaline orange pretreatment, and prospected the optimization of sample pretreatment process, so as to provide reference for the safety supervision of alkaline orange dye in food.

KEY WORDS: alkaline orange; pretreatment technology; extraction reagent; solid phase extraction material

1 引言

碱性橙染料为工业类偶氮染料, 包括碱性橙 2、碱性橙 21、碱性橙 22(结构式如图 1 所示), 一般用于纺织、皮

革、造纸等工业产品的染色。碱性橙染料存在的芳香结构使其不能被降解, 人体接触后会造成急性或慢性中毒, 具有“三致”作用以及神经毒性和遗传毒性, 因此被禁止用作食品添加剂, 但由于碱性橙染料价格低廉, 易于在食品中

基金项目: 湖北省食品质量安全监督检验研究院科技项目(ZZLX2015015)

Fund: Supported by the Science and Technology Project of Hubei Food Quality and Safety Supervision and Inspection Institute(ZZLX2015015)

*通讯作者: 谢卫红, 博士, 主要研究方向为食药质量分析与检测。E-mail: xiewh@hbut.edu.cn

*Corresponding author: XIE Wei-Hong, Ph.D, Hubei University of Technology, No.28, Nanli Road, Hongshan District, Wuhan 430068, China. E-mail: xiewh@hbut.edu.cn

着色, 一些不法商贩仍然使用碱性橙对食品进行染色^[1-3]。为防止不法商贩在食品基质中添加碱性橙, 相关部门已出台政策, 明确表示碱性橙等属于禁止用作食品添加剂的化学制品^[4]。由于碱性橙是一种非食用染料, 而其滥用现象又很常见, 因此发展碱性橙的检测方法十分必要。本文介绍了近几年用于碱性橙检测的方法, 特别是对样品前处理中涉及的提取试剂、提取方法及分离富集材料的应用和研究进展进行了归纳与总结, 并对碱性橙检测的样品前处理技术的发展趋势进行了展望, 为样品前处理技术的研究以及食品中碱性橙染料的安全监管提供参考。

2 碱性橙的检测方法

碱性橙常用的检测方法包括高效液相色谱法(high performance liquid chromatography, HPLC)^[3,5-7]、高效液相色谱-质谱联用法(high performance liquid chromatography-mass spectrometry, HPLC-MS)^[8-11]、紫外分光光度计法(ultraviolet-visible spectrophotometry, UV-Vis)^[12]、表面增强拉曼光谱法(surface-enhanced Raman spectroscopy, SERS)^[13]、薄层色谱-表面增强拉曼光谱法(thin layer chromatography-SERS, TLC-SERS)^[14]、反向胶束电动毛细管色谱法^[15]以及实时直接分析-静电场轨道阱质谱(direct analysis in real time-quadrupole-Orbitrap MS, DART-Q-

Orbitrap MS)法^[16]等。这些方法对碱性橙类染料均有很好的检出效果, 能对碱性橙类染料进行定性定量分析。其中 HPLC 和 HPLC-MS 是应用最为广泛的方法^[5], 其检测结果的可靠性对样品前处理有很高的要求, 因此样品前处理是检测中至关重要的部分。碱性橙染料常见的检测方法如表 1 所示。

3 样品前处理方法

食品中碱性橙的非法添加问题屡见不鲜, 常常用于对豆制品^[16-18]、火锅底料^[5]、龙虾汤^[19,20]、调味品^[21,22]、黄鱼^[23]、小吃及膨化食品^[10,11]、饮料^[24]、肉制品^[25,26]等进行染色。从这些食材中提取碱性橙是检测碱性橙的第一步。

3.1 碱性橙的提取方法

3.1.1 提取试剂

提取溶剂对目标化合物的回收率有直接影响, 应尽可能地将目标化合物从样品中提取完全^[27]。常用来提取碱性橙染料的试剂有乙腈、乙醇、甲醇等试剂, 实际操作还需要考虑食品样品的性质, 根据不同食品样品的特点选择不同的提取剂, 提取剂要对碱性橙有较好的溶解度并且易于挥发, 还需适合仪器检测的方法^[28]。常见的碱性橙提取试剂见表 2。

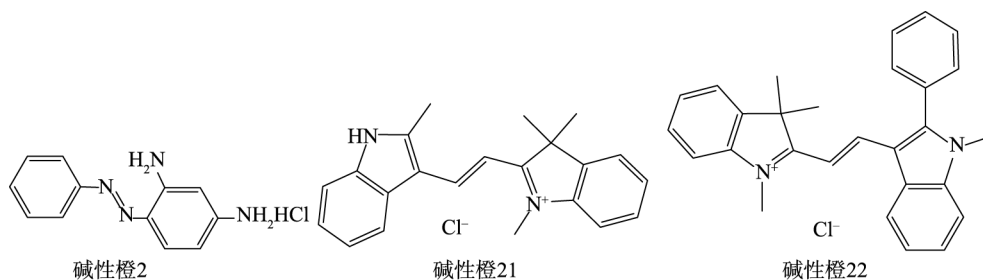


图 1 化学结构式
Fig.1 Structural formula

表 1 碱性橙染料常见的检测方法
Table 1 Common detection methods of basic orange dye

检测方法	提取试剂	提取方法	固相萃取材料	回收率/%	参考文献
HPLC	乙腈、无水乙醇+水	涡旋、超声	Fe ₃ O ₄ @SDS	81.2 ~ 102.0	[3,5-7]
HPLC-MS	酸化乙腈、乙腈	超声、涡旋	MCX	90.0 ~ 110.0	[8-11]
UV-Vis	甲醇	超声	C ₁₈	84.15 ~ 102.24	[12]
SERS	甲醇+水	ASE 萃取	—	85.35 ~ 91.25	[13]
TLC-SERS	乙腈+氨水	涡旋	—	—	[14]
反向胶束电动毛细管色谱法	乙腈+乙酸	涡旋	—	91.5 ~ 109.9	[15]
DART-Q-Orbitrap MS	乙腈+水	超声	—	—	[16]

表 2 碱性橙提取试剂
Table 2 Extraction reagent of basic orange

提取试剂	食品种类	回收率/%	文献
乙腈	黄鱼、辣椒粉、肉制品、调味品、豆制品、小吃类食品及火锅底料	80.5~118.3	[10,23,26,29-31]
乙醇	黄鱼、豆制品、辣椒粉	80~91.5	[32,33]
甲醇	黄鱼、辣椒粉、辣椒萝卜	73.2~102.3	[34-36]
乙腈+水	虾干	83.6~118.0	[37]
乙腈+乙酸	豆制品	91.5~109.9	[15]
乙腈+氨水	火锅底料	91.2~97.1	[5]
乙酸乙酯	汤料	82.9~91.5	[20]

乙腈可以沉淀食品中的蛋白质和脂肪,对于含有亲脂性化合物的食品基质中的碱性橙染料具有良好的提取效果^[2,16,29-31],碱性橙染料易溶于乙醇试剂,因此可以采用乙醇作为碱性橙染料的提取剂^[32,33],甲醇也常作为食品中的碱性橙类染料的提取剂^[34-36],但醇类试剂作为提取剂时一般只能提取蛋白质含量较低的样品中的碱性橙类染料,很少用于提取肉制品中的碱性橙染料。当需要同时分析碱性橙类染料和其他染料(如罗丹明 B、对位红、苏丹红 I~IV 等)时一般采用乙腈作为提取剂,而且由于乙腈沉淀蛋白质效果较好,样品中蛋白含量较高时一般采用乙腈作为提取剂。此外,比较提取同类食品中碱性橙的回收率,乙腈的提取率略高于醇类。

对于脱水的干燥样品,有机试剂不易进入样品中,此时可加入一定比例的水使脱水的样品充分溶胀,增大接触面积,乙腈与水混合常用来提取虾干^[37]等食品样品中的碱性橙或多种工业染料。

影响样品提取效果的最主要因素是提取溶剂和提取溶剂的 pH 值^[28]。碱性橙带有氨基基团,为碱性染料,在酸性条件下可解离^[1],当乙腈与乙酸含量同比例增高时,乙腈层颜色越深,提取更加彻底,常用来提取豆制品中的碱性橙 II 染料^[15]。乙腈在碱性条件下可以提高碱性橙染料的溶解度,乙腈-氨水可以提取火锅底料^[5]等食品中的碱性橙染料。酸性条件有利于碱性橙染料的解离,使提取更加充分,但是加入乙酸调节样品的 pH,会产生因有机试剂过多而造成仪器报错的现象,需要稀释进样^[15];碱性条件下乙腈提取样品时提取液更加澄清,更适应仪器的分析检测,但是比较而言,酸性乙腈的提取效率更高。

碱性橙的提取剂除常用的乙腈、醇类等试剂外,还有其他类型。由于乙酸乙酯在含油基质中分层效果好,通常采用乙酸乙酯提取龙虾汤中碱性橙^[20],回收率较高(82.9%~91.5%)。肉制品中含油脂、蛋白质和蜡质等成分,乙酸乙酯与环己烷可以同时提取肉制品中的多种工业染料^[26]。

针对含蛋白质和脂肪较多的样品,采用乙腈作为提取剂可以获得较高的回收率^[2,16,31],加入乙酸、氨水调节食

品样品的 pH 能使提取更加彻底^[5,15]。针对含蛋白质和脂肪较少的样品采用乙腈、乙醇、甲醇均可获得较高的回收率,考虑到有机试剂的毒性、安全环保等问题,一般选用乙醇作为提取剂^[33-35]。

3.1.2 提取方式

样品前处理方法要选择简单易操作的方法,最常采用的提取方式有超声提取^[1-3,37]、涡旋振荡提取^[15]和萃取^[13]等,3种提取方式的回收率接近,超声提取省时省力,可大批量处理样品,但是噪声较大,对容器要求较高^[3];涡旋振荡提取可将提取试剂与样品彻底混合,但是不宜大批量处理样品^[37];萃取操作简单不需要复杂的仪器设备,但是有机试剂消耗量大,耗时长,ASE 萃取显著减少了萃取的时间和有机试剂消耗量,但是需在高温高压条件下进行^[13]。

不同的样品采取的提取方式不同,对于固体样品,往往需要先将食品样品粉碎混匀以增加样品与提取剂的接触面积,特殊样品如黄鱼,要先去头去尾去骨然后剁碎匀浆粉碎超声提取,对于含有气体的液体样品要先除气再进行后续的操作^[38]。

3.2 分离富集碱性橙的固相萃取材料

提取目标化合物时往往会伴随有杂质的产生,因此提取后的关键操作是要对目标化合物进行分离和富集。常用的分离富集方法有 QuEChERS^[9]、低共熔溶剂萃取法^[22]、液液萃取、固相萃取和凝胶渗透色谱等^[39]。固相萃取是一种常见的样品前处理方法,其分离净化的原理与高效液相色谱原理类似,利用固相萃取吸附剂吸附目标化合物,再通过有机溶剂或加热等方式解吸附,达到分离富集纯净目标化合物的目的^[40-43]。常见的用于碱性橙的固相萃取材料见表 3。

3.2.1 C₁₈

C₁₈ 主要官能团是十八烷基,其主要作用力为疏水作用力,可以吸附含有非极性基团的化合物^[42]。碱性橙含有非极性的苯环结构,在 C₁₈ 柱上吸附强度中等,通过优化洗涤、洗脱溶剂达到净化目的,可以实现碱性橙与食品基质的分离^[41]。

表 3 碱性橙固相萃取材料
Table 3 SPE materials of basic orange

固相萃取柱类型	固相萃取材料	食品种类	回收率/%	参考文献
反相萃取小柱	C ₁₈	大多食品均可	80.1~95.3	[41]
吸附萃取小柱	中性氧化铝	豆制品	86.0~87.0	[18]
离子交换	X-AW	豆制品、蛋制品	74.13~125.6	[28]
		腊肉	86.5~108.3	[27]
	WCX	辣椒粉	73.2~102.3	[35]
		豆制品	77.8~83.6	[43]
MCX	辣椒	71.3~92.5	[44]	
亲水亲油平衡	HLB	肉制品、豆制品	80~102.0	[26,45,46]
亲和作用	分子印迹材料	大多数食品	68.43~80.25	[47,48]

3.2.2 中性氧化铝

中性氧化铝(Al-N)是一类极性很强的吸附填料,通过铝原子中心与带有高负电荷的杂原子作用,也可以与富电的芳香族化合物作用^[42]。碱性橙在 Al-N 上无保留,但是油脂中含有高负电的氧原子可以被 Al-N 吸附,因此 Al-N 可以减少油脂等杂质对碱性橙分离的干扰。曾宪远等^[18]利用 Al-N 作为固相萃取材料来分离食品中碱性橙,结果显示,该前处理方法提高了碱性橙染料的回收率。

3.2.3 离子交换材料

离子交换材料吸附目标化合物的作用力主要为静电吸引。有混合弱阴离子交换(mixed weak anion exchange, X-AW)柱、弱阳离子交换(weak cation exchange, WCX)柱和混合型阳离子交换(mixed cation exchange, MCX)柱。

X-AW 柱同时有非极性作用力和弱阴离子交换作用力,其非极性作用力可以吸附碱性橙,其弱阴离子交换作用力可以吸附酸性橙,通过优化淋洗可以达到分离净化且保证洗脱效率的目的^[28];WCX 柱键合了中等极性的羧酸基团,尤其适合于吸附强阳离子,碱性橙上的部分氨基带电荷,可与羧酸根结合吸附在填料上^[42];MCX 柱对碱性和中性化合物有很好的选择性,可调节待净化溶液呈酸性,由于碱性橙带正电,能与苯磺酸根结合吸附在填料上^[43,44]。

3.2.4 亲水疏水平衡

亲水-疏水平衡(hydrophile-lipophile balance, HLB)柱是亲水疏水平衡的一类固相萃取材料,主要作用力为亲水作用和疏水作用。

HLB 基质是一种大孔共聚物,可以用于吸附酸性、中性和碱性化合物,其含有亲水性和疏水性基团,具有多个结合位点,可以保留含量相对较高的目标化合物^[45]。HLB 的二乙烯基苯为亲脂官能团,吡咯烷酮为亲水性官能团。碱性橙的苯环具有亲脂功能,氨基为亲水基团,因此 HLB 小柱具备吸附碱性橙的能力,净化及回收效率较好^[26]。

陈梦婷等^[46]合成了更高效的分离净化碱性橙的固相萃取材料,采用沉淀聚合合法制备了聚苯乙烯-丙烯酸酰胺固

相萃取材料,经实验验证,该种材料可以将碱性橙从其他人工合成黄色色素中分离出来,选择性吸附能力强,平衡吸附容量高,且能重复使用 20 次以上。

3.2.5 分子印迹材料

分子印迹技术是一种用于创建分子印迹聚合物(molecularly imprinted polymers, MIPs)的技术,反应体系中一般包含模板分子、功能单体、交联剂和引发剂,MIPs 具有量身定制的与模板分子互补的结合位点,尺寸和功能基团,可以对目标分子进行特异性识别^[47]。Li 等^[48]以改性松香为交联剂合成新型 MIPs,实验结果表明 MIPs 具有较高的印迹能力、显著的选择性,可以用作 SPE 材料从食品基质中分离出碱性橙染料。

用于碱性橙染料分离富集的固相材料也在不断优化中,早期采用的商用固相萃取柱,要求填充材料较多,使用成本较高,近年来逐渐开发了许多更高效的功能性高分子材料,用于碱性橙染料的分离富集,寻找一种可以用于碱性橙染料分离和富集的天然材料是未来的研究方向^[49,50]。

4 结 论

综上所述,针对不同食品种类提取试剂不同,分离富集过程也有差别。而食品基质复杂、种类繁多,碱性橙添加量较少,给分析检测中样品前处理带来了困难和挑战。现有的分离富集材料无法满足所有食品样品的前处理需求,且提取过程复杂、有机试剂消耗量大、前处理步骤耗时久、操作繁琐,因此,开发出能够更加有效、更加快速、更加环保经济的分离富集材料是碱性橙染料检测行业的发展趋势。

参考文献

- [1] 张伟,陈艳,何丰瑞.固相萃取-毛细管区带电泳法同时测定豆制品中 4 种碱性染料[J].理化检验(化学分册),2017,53(9):1020-1024.
Zhang W, Chen Y, He FR. Simultaneous determination of 4 basic dyes in soybean products by capillary zone electrophoresis combined with solid

- phase extraction [J]. *Phys Test Chem Anal Part B*, 2017, 53(9): 1020-1024.
- [2] Hu MH, Huang PC, Huang WH, *et al.* Fe₃O₄ magnetic nanoparticles modified with sodium dodecyl sulfate for removal of basic orange 21 and basic orange 22 from complex food samples with high-performance liquid chromatographic analysis [J]. *Food Anal Method*, 2017, (10): 3119-3127.
- [3] 胡贝, 李丽霞, 刘红, 等. HPLC 法测定饮料中 8 种食品添加剂和 3 种工业染料[J]. *食品工业*, 2019, (10): 323-326.
- Hu B, Li LX, Liu H, *et al.* Determination of 8 additives and 3 industrial dyes in beverage by high performance liquid chromatography [J]. *Food Ind*, 2019, (10): 323-326.
- [4] GB 2760-2014 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准[S].
GB 2760-2014 National food safety standards-Standards for the use of food additives [S].
- [5] 黄燕红. 高效液相色谱法测定火锅底料中 3 种碱性橙染料的含量[J]. *轻工科技*, 2018, 34(2): 99-100.
- Huang YH. Determination of three kinds of basic orange dyes in hot pot base by high performance liquid chromatography [J]. *Guangxi J Light Ind*, 2018, 34(2): 99-100.
- [6] Qi P, Liang ZA, Wang Y, *et al.* Mixed hemimicelles solid-phase extraction based on sodium dodecyl sulfate-coated nano-magnets for selective adsorption and enrichment of illegal cationic dyes in food matrices prior to high-performance liquid chromatography-diode array detection [J]. *J Chromatogr A*, 2016, (1437): 25-36.
- [7] 李岩, 甄瑜. 固相萃取-高效液相色谱法同时检测熟肉及制品中的碱性橙 2、碱性橙 21、碱性橙 22[J]. *中国卫生检验杂志*, 2017, 27(8): 1105-1108.
- Li Y, Zhen Y. Detection of basic orange 2, basic orange 21 and basic orange 22 in cooked meat products by both solid-phase extraction and high performance liquid chromatography [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2017, 27(8): 1105-1108.
- [8] 李彦博, 孙晓娟, 高广慧. 液相色谱-串联质谱法检测调味品中碱性橙 2 的残留量[J]. *食品安全质量检测学报*, 2018, 9(19): 5119-5122.
- Li YB, Sun XJ, Gao GH. Determination of basic orange II residues in condiment by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2018, 9(19): 5119-5122.
- [9] 孙稚菁, 王灵芝, 任国杰, 等. QuEChERS-HPLC-MS/MS 快速测定染色黄鱼中 3 种碱性橙类染料[J]. *食品研究与开发*, 2017, 38(12): 143-146.
- Sun ZJ, Wang LZ, Ren GJ, *et al.* Quickly determination of 3 basic orange in dyed yellow croaker by QuEChERS-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Food Res Dev*, 2017, 38(12): 143-146.
- [10] 林中, 陈忍, 陈磷霞, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定小吃类食品和火锅底料中 5 种罂粟壳生物碱和 6 种工业染料[J]. *食品安全质量检测学报*, 2018, 9(1): 107-115.
- Lin Z, Chen R, Chen YX, *et al.* Simultaneous determination of 5 kinds of *Pericarpium papaveris* alkaloids and 6 kinds of industrial dyes in snack foods and hot pot seasoning by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2018, 9(1): 107-115.
- [11] Li H, Sun N, Zhang JX, *et al.* Development of a matrix solid phase dispersion-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometric method for multiresidue analysis of 25 synthetic colorants in meat products [J]. *Anal Methods*, 2014, (6): 537-547.
- [12] 李小燕, 全海娟, 石展望, 等. 固相萃取-分光光度法快速检测腐竹中的碱性橙[J]. *食品工业科技*, 2011, 32(11): 447-450.
- Li XY, Tong HJ, Shi ZY, *et al.* Rapid determination of basic orange in dried beancurd sticks by solid phase extraction-spectrophotometry [J]. *Sci Technol Food Ind*, 2011, 32(11): 447-450.
- [13] 张丽冰. 表面增强拉曼光谱法(SERS)测定食品中工业色素的方法研究[D]. 保定: 河北大学, 2016.
- Zhang LB. Determination of industrial pigment in food with surface-enhanced Raman spectroscopy (SERS) [D]. Baoding: Hebei University, 2016.
- [14] 符云鹏, 齐颖, 扈晓鹏, 等. TLC-SERS 联用快速同时检测食品中非法添加的碱性橙II和酸性橙II的研究[J]. *光谱学与光谱分析*, 2018, (8): 2419-2424.
- Fu YP, Qi Y, Hu XP, *et al.* Rapid and simultaneous detection of illegally added alkaline orange II and acid orange II in food by TLC-SERS [J]. *Spectrosc Spect Anal*, 2018, (8): 2419-2424.
- [15] 王萍, 刘文叶, 丁晓静. 反向胶束电动毛细管色谱法同时测定辣椒粉和豆制品中酸性橙II和碱性橙 2[J]. *分析仪器*, 2019, 222(1): 23-29.
- Wang P, Liu WY, Ding XJ. Simultaneous determination of acid orange II and basic orange 2 in chili powder and bean products by reversed micellar electrokinetic chromatography [J]. *Anal Instrum*, 2019, 222(1): 23-29.
- [16] 刘喆, 迟鸿悦, 赵彩秀, 等. DART-Q-Orbitrap MS 法快速检测豆制品中碱性橙II和金胺 O [J]. *质谱学报*, 2019, 40(1): 42-49.
- Liu Z, Chi HY, Zhao CX, *et al.* Rapid qualitative and quantitative analysis of basic orange II and auramine O in bean products by DART-Q-Orbitrap MS [J]. *J Chin Mass Spectr Soc*, 2019, 40(1): 42-49.
- [17] 刘拥亮, 李红梅. 高效液相色谱-紫外检测豆制品中碱性橙II的含量[J]. *绿色科技*, 2019, (10): 278-292.
- Liu YL, Li HM. Determination of basic orange II in soy products by HPLC-UV [J]. *J Green Sci Technol*, 2019, (10): 278-292.
- [18] 曾宪远, 于焕焱, 黄飞, 等. 超高效液相色谱质谱法同时测定麻辣豆制品中 4 种工业染料[J]. *中外食品工业*, 2014, (3): 39-40.
- Zeng XY, Ning HY, Huang F, *et al.* Simultaneous determination of four industrial dyes in spicy bean products by ultra performance liquid chromatography-mass spectrometry [J]. *Sino-foreign Food Ind*, 2014, (3): 39-40.
- [19] 陈伟, 乔勇升. 高效液相色谱法测定龙虾汤汁中的碱性橙II[C]// 华东地区色谱质谱学术报告会, 2014.
- Chen W, Qiao YS. Determination of basic orange II in lobster sauce-high performance liquid chromatography method [C]// East China Chromatography Mass Spectrometry Conference, 2014.
- [20] 陈伟, 乔勇升, 武婧. 固相萃取-反相高效液相色谱法测定汤料中的碱性橙II[J]. *中国食品添加剂*, 2017, (1): 169-172.
- Chen W, Qiao YS, Wu Q. Determination of basic orange II in soup stock by solid-phase extraction coupled with reversed-phase high performance liquid chromatography [J]. *China Food Addit*, 2017, (1): 169-172.
- [21] 杨园园, 许乾丽, 黎殊. HPLC 法同时测定辣椒面中碱性橙 2, 21, 22 和酸性橙 II 的含量[J]. *中国调味品*, 2018, (6): 165-167.
- Yang YY, Xu QL, Li Shu. Simultaneous determination of basic orange 2, 21, 22 and acid orange II in pepper noodles by HPLC [J]. *Chin Cond*,

- 2018, (6): 165–167.
- [22] 刘慧强, 陈美婷, 王韦达, 等. 低共熔溶剂萃取超高效液相色谱法检测调味油中酸性橙 II、碱性橙 21 和碱性橙 22[J]. 分析实验室, 2018, 37(8): 70–74.
- Liu HQ, Chen MT, Wang WD, *et al.* Determination of acid orange II, alkaline orange 21 and alkaline orange 22 in flavoured oil by deep eutectic solvent extraction combined with ultra high performance liquid chromatography [J]. *Anal Lab*, 2018, 37(8): 70–74.
- [23] 李永刚, 刘潇, 陈明, 等. 液质联用法检测黄鱼中的碱性橙、碱性嫩黄和酸性 III[J]. 公共卫生与预防医学, 2013, 24(2): 97–98.
- Li YG, Liu X, Chen M, *et al.* Determination of alkaline orange, alkaline yellow and acid orange in yellow croaker by liquid chromatography-mass spectrometry [J]. *J Publ Health Prev Med*, 2013, 24(2): 97–98.
- [24] 陈松润, 何权, 黄娟. SPE-RP-HPLC 法同时测定饮料产品中的 5 种常见色素[J]. 广东化工, 2018, 45(6): 227–228.
- Chen SR, He Q, Huang J. Determination of 5 common colorants in beverages by SPE-RP-HPLC method [J]. *Guangdong Chem Ind*, 2018, 45(6): 227–228.
- [25] 宋鑫, 杭学宇, 王露, 等. 全自动凝胶渗透色谱-固相萃取联合净化-超高效液相色谱-串联质谱法测定肉类制品中 8 种工业染料[J]. 理化检验-化学分册, 2016, 52(6): 725–728.
- Song X, Hang XY, Wang L, *et al.* Determination of 8 industrial dyes in meat products by automatic gel permeation chromatography-solid phase extraction combined with purification-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Phys Test Chem Anal Part B*, 2016, 52(6): 725–728.
- [26] 陈琨, 廖艳华, 周劭桓, 等. 液相色谱-质谱法测定熟肉制品中罗丹明 B、碱性橙 2 和酸性橙 II[J]. 中国卫生检验杂志, 2016, (20): 2908–2910.
- Chen K, Liao YH, Zhou SH, *et al.* Simultaneous determination of rhodamine B, basic orange 2 and acid orange II in deli meats by high performance liquid chromatography coupled with tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2016, (20): 2908–2910.
- [27] 林奕云, 付强, 蔡大川, 等. UPLC-MS/MS 法测定食品中四种碱性工业染料[J]. 食品工业, 2016, (5): 278–282.
- Lin YY, Fu Q, Cai DC, *et al.* Determination of four industrial basic dyes in foods by UPLC-MS/MS [J]. *Food Ind*, 2016, (5): 278–282.
- [28] 吴宇. LC-MS 检测食品中的非法添加物酸性橙和碱性橙[D]. 天津: 天津科技大学, 2013.
- Wu Y. LC-MS detection of illegal additives in foods acidic orange and alkaline orange [D]. Tianjin: Tianjin University of Science and Technology, 2013.
- [29] 刘小川, 李永刚, 刘潇, 等. 固相分散-液相色谱质谱联用法检测辣椒粉中的碱性橙和碱性玫瑰精[J]. 食品安全质量检测学报, 2014, (2): 492–496.
- Liu XC, Li YG, Liu X, *et al.* Determination of chrysoidine G and rhodamine B in paprika by liquid chromatography-tandem mass spectrometry with solid phase dispersion [J]. *J Food Saf Qual*, 2014, (2): 492–496.
- [30] 林子豪, 戚平, 周庆琼, 等. 液相色谱-串联质谱内标法同时测定调味品中 11 种工业染料[J]. 现代食品科技, 2017, (7): 307–313, 275.
- Lin ZH, Qi P, Zhou QQ, *et al.* Simultaneous determination of 11 industrial dyes in condiments by liquid chromatography-tandem mass spectrometry using internal standard method [J]. *Mod Food Sci Technol*, 2017, (7): 307–313, 275.
- [31] 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, (3): 921–926.
- Zhang B. Determination of 7 kinds of prohibited pigment residues in bean products by high-performance liquid chromatography-mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2016, (3): 921–926.
- [32] 卢晓蕊, 沈虹. 液相串联质谱法测定豆制品中的碱性橙 II 和碱性嫩黄 O[J]. 食品与发酵工业, 2011, 37(8): 166–169.
- Lu XR, Shen H. Determination of food color of basic orange II and basic flavine O in bean products by LC-MS/MS [J]. *Food Ferment Ind*, 2011, 37(8): 166–169.
- [33] 张金艳, 胡丽芳, 李伟红, 等. 高效液相色谱法测定辣椒粉中碱性橙的不确定度评定[J]. 食品科学, 2014, 35(20): 213–216.
- Zhang JY, Hu LF, Li WH, *et al.* Uncertainty evaluation for the determination of basic orange in chili powder by high performance liquid chromatography [J]. *Food Sci*, 2014, 35(20): 213–216.
- [34] 夏立娅, 匡林鹤, 吴广臣. 改进的高效液相色谱梯度洗脱测定食品中碱性橙含量[J]. 食品工业科技, 2009, 30(1): 304–306.
- Xia LY, Kuang LH, Wu GC. Determination of basic orange 2 in food stuffs by improved high performance liquid chromatography [J]. *Sci Technol Food Ind*, 2009, 30(1): 304–306.
- [35] 黄优生, 罗香, 熊华亮, 等. 固相萃取-高效液相色谱串联质谱法同时检测辣椒粉中 4 种碱性染料[J]. 分析实验室, 2013, 32(10): 72–76.
- Huang YS, Luo X, Xiong HL, *et al.* Simultaneous determination of four alkaline dyes in foods by solid phase extraction-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Anal Lab*, 2013, 32(10): 72–76.
- [36] 梁玉英, 曾俊洁, 田野, 等. 高效液相色谱法测定食品中碱性黄、碱性嫩黄、碱性橙 II、酸性橙 II、罗丹明 B[J]. 中国卫生检验杂志, 2014, (19): 2740–2742, 2749.
- Liang YY, Zeng JJ, Tian Y, *et al.* Determination of basic yellow, basic flavine, basic orange II, acid orange II and rhodamine B in foods by high performance liquid chromatography method [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2014, (19): 2740–2742, 2749.
- [37] 张海君, 何微娜, 倪承珠, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定虾干中 12 种工业染料[J]. 中国卫生检验杂志, 2019, (6): 658–661, 668.
- Zhang HJ, He WN, Ni CZ, *et al.* Determination of 12 industrial dyes in dry shrimp by ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2019, (6): 658–661, 668.
- [38] 刘莉萍, 毕思远, 龚达浩, 等. HPLC 法测定食品中的防腐剂 and 合成着色剂[J]. 食品工业, 2018, (1): 266–269.
- Liu LP, Bi SY, Gong DH, *et al.* Determination of preservatives and synthetic colorants in foods by HPLC method [J]. *Food Ind*, 2018, (1): 266–269.
- [39] 祁菲菲. 环境水样和食品中工业染料检测的样品前处理新方法研究及应用[D]. 南京: 东南大学, 2017.
- Qi FF. Study on the applications of novel pretreatment technologies of dyes in environmental water and food samples [D]. Nanjing: Southeast University, 2017.
- [40] 范芳芳, 魏宁果, 邹力, 等. 新型固相萃取吸附技术在食品分析中的应用[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(14): 4672–4677.
- Fan FF, Wei NG, Zou L, *et al.* Applications of new solid-phase extraction adsorption technologies in food analysis [J]. *J Food Saf Qual*, 2020, 11(14): 4672–4677.

- 4672-4677.
- [41] 王建伟, 钟海娟, 梁焱琼. 固相萃取-超高效液相色谱串联质谱法测定食品中碱性橙、碱性嫩黄 O[J]. 分析测试技术与仪器, 2010, 16(2): 108-112.
Wang JW, Zhong HJ, Liang CQ. Determination of chrysoidin and auramine O in food by solid phase extraction-ultra performance liquid chromatography-mass spectrometry [J]. Anal Test Technol Instrum, 2010, 16(2): 108-112.
- [42] 陈小华, 汪群杰. 固相萃取技术与应用[M]. 北京: 科学出版社, 2010.
Chen XH, Wang QJ. Solid phase extraction technology and application [M]. Beijing: Science Press, 2010.
- [43] 丁晓静, 张晶, 邵兵, 等. 反相高效液相色谱法测定豆制品中碱性橙 2[J]. 首都公共卫生, 2017, (6): 259-261.
Ding XJ, Zhang J, Shao B, *et al.* Determination of chrysoidine in bean products by reversed phase high performance liquid chromatography [J]. Cap J Publ Health, 2017, (6): 259-261.
- [44] 殷耀, 丁涛, 柳茜, 等. 固相萃取-高效液相色谱-串联质谱法测定辣椒中碱性橙类染色剂[J]. 分析实验室, 2014, 33(3): 364-368.
Yin Y, Ding T, Liu H, *et al.* Determination of chrysoidin, auramine O, astrazon orange G and astrazon orange residue in chillies by solid phase extraction-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Anal Lab, 2014, 33(3): 364-368.
- [45] 熊爽. 固相萃取-高效液相色谱-串联质谱法同时测定不同基质保健食品中 10 种减肥药物[J]. 理化检验(化学分册), 2018, 54(2): 142-147.
Xiong S. HPLC-MS/MS simultaneous determination of 10 diet drugs in health-care foods of different matrices with solid phase extraction [J]. Phys Test Chem Anal Part B, 2018, 54(2): 142-147.
- [46] 陈梦婷, 汪银娜, 易思怡. 聚苯乙烯-丙烯酰胺的制备及对碱性橙的吸附评价[J]. 分析实验室, 2019, (38): 46-51.
Chen MT, Wang YN, Yi SY. Preparation of polystyrene-acrylamide and evaluation of its adsorption on basic orange [J]. Chin J Anal Lab, 2019, (38): 46-51.
- [47] Chen LX, Wang XY, Lu WH, *et al.* Molecular imprinting: perspectives and applications [J]. Chem Soc Rev, 2016, (45): 2137-2211.
- [48] Li XY, Li M, Li JJ, *et al.* Synthesis and characterization of molecularly imprinted polymers with modified rosin as a cross-linker and selective SPE-HPLC detection of basic orange II in foods [J]. Anal Methods, 2014, (6): 6397-6406.
- [49] Nurchi VM, Crespo-Alonso M, Raffaella B, *et al.* Sorption of chrysoidine by row cork and cork entrapped in calcium alginate beads [J]. Arab J Chem, 2014, (7): 133-138.
- [50] 易思怡, 严雨晴, 张毅, 等. 甲壳素对碱性橙 II 染料的吸附性能研究[J]. 分析实验室, 2020, (39): 821-825.
Yi SY, Yan YQ, Zhang Y, *et al.* Properties of chitin to adsorb alkaline orange II [J]. Chin J Anal Lab, 2020, (39): 821-825.

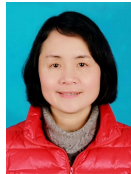
(责任编辑: 张晓寒)

作者简介



严雨晴, 硕士研究生, 主要研究方向为食药质量分析与检测。

E-mail: yanyq369@163.com



谢卫红, 博士, 主要研究方向为食药质量分析与检测。

E-mail: xiewh@hbut.edu.cn