

# 富含蛋白食品中的8种合成色素的 高效液相色谱测定方法

孔 聪, 沈晓盛, 于慧娟, 黄冬梅, 蔡友琼\*

(东海水产研究所水产品质量安全与加工实验室, 上海 200090)

**摘要:** **目的** 建立高效液相色谱法测定富含蛋白食品中合成色素的方法。**方法** 样品匀浆后采用乙醇:氨水:水(7:2:1)溶液提取, 经低温冷冻去除蛋白后, 水浴加热浓缩除氨, 采用聚酰胺固相小柱萃取净化, 以甲醇和 20 mmol/L 乙酸铵溶液为流动相, 通过 Agilent extend-C<sub>18</sub> 色谱柱梯度洗脱分离, 可见光区段多波长信号检测柠檬黄、日落黄、苋菜红、胭脂红、赤藓红、诱惑红、亮蓝、靛蓝 8 种合成色素, 保留时间定性、外标法定量。**结果** 建立的测定 8 种合成色素的方法在 0.6~10 mg/kg 内曲线线性关系良好, 相关系数为 0.995 以上, 检测限介于 0.1~0.4 mg/kg, 不同加标浓度下回收率介于 75%~95%之间, 变异系数在 3.6%~9.3%之间。**结论** 该方法用于高蛋白食品中合成色素的测定, 具有操作简便、灵敏高、准确性好、无杂质干扰等优点。

**关键词:** 合成色素; 冷冻除蛋白; 固相萃取; 高效液相色谱法

## Determination of 8 synthetic food colorants in protein-rich samples with high performance liquid chromatography

KONG Cong, SHEN Xiao-Sheng, YU Hui-Juan, HUANG Dong-Mei, CAI You-Qiong\*

(East China Sea Fisheries Research Institute, Chinese Academy of Fishery Sciences, Shanghai 200090, China)

**ABSTRACT: Objective** To establish a method for the detection of synthetic colorants in protein-rich processed food with high performance liquid chromatography. **Methods** Sample homogenates were extracted by ethanol:ammonium hydroxide:water (7:2:1), and frozen for deproteinization, further incubated in water to remove ammonium, purified by solid phase extraction with polyamine column. Extract containing 8 synthetic colorants (lemon yellow, sunset yellow, amaranth, ponceau 4R, erythrosine, allura red, brilliant blue, and indigo carmine) was separated by Agilent extend-C<sub>18</sub> with methanol and 20 mmol/L of ammonium acetate as the mobile phase. Compounds were detected under multi-wavelength measurement. **Results** Measurement on 8 synthetic colorants with the developed method showed an excellent linear relationship between 0.6~10 mg/kg, with the correlation coefficient more than 0.995, and the limit of detection between 0.1~0.4 mg/kg. Under different spiked concentration, the recoveries were determined between 75%~95%, and relative standard

基金项目: 中央级公益性科研院所基本科研业务费专项资金(中国水产科学研究院东海水产研究所)项目(2014T05)、上海市科学技术委员会扬帆人才计划项目(14YF1408100)

**Fund:** Supported by the Special Research Fund for the National Non-profit Institutes (East China Sea Fisheries Research Institute) (2014T05) and the Yangfan Program from Science and Technology Commission of Shanghai Municipality (14YF1408100)

通讯作者: 蔡友琼, 研究员, 主要研究方向为水产品质量安全检测。E-mail: caiyouqiong@163.com

\***Corresponding author:** CAI You-Qiong, Professor, Fishery Products Quality Inspection and Test Center (Shanghai), Ministry of Agriculture of China, No. 300 Jungong Road, Shanghai200090, China. E-mail: caiyouqiong@163.com

derivations were between 3.6%~9.3%. **Conclusion** The developed method can be applied in the detection of synthetic colorants in protein-rich processed food, with easy operation, high sensitivity, excellent accuracy and less disturbance.

**KEY WORDS:** synthetic colorants; freeze deproteinization; solid phase extraction; high performance liquid chromatography

## 1 引言

为了改善食品的感官性状,改进食品色泽,增加人们的食欲,提高其价值,在食品加工过程中,往往需要添加食品色素<sup>[1,2]</sup>。食品色素可分为天然色素和合成色素两大类。由于合成色素一般较天然色素色彩鲜艳、着色力强、坚牢度大、性能稳定、易于着色并可任意调色、成本低廉、使用方便,其在食品加工和储藏中的应用越来越广泛<sup>[3-5]</sup>。合成色素自身没有营养且具有一定的毒性、致泻性和致癌性,食用过多会危害人体健康。目前国家出台了相关规定,促使食用色素生产商对涉及产品的质量更加严格规范化,食品加工企业在合成色素的用量和使用范围上也受到严格限制。2011年实施的GB 2760-2011《食品添加剂使用标准》对合成色素使用范围和相应限量均有明确规定<sup>[6,7]</sup>。因此,为保障消费者食用安全,需对潜在使用合成色素的食品进行有效监督,开发食品中合成色素的检测方法成为必要的技术支持手段<sup>[8]</sup>。

目前,国内外用于合成色素的分析方法主要有薄层色谱法<sup>[9]</sup>、高效液相色谱法<sup>[10-16]</sup>、离子色谱法<sup>[17]</sup>、液相色谱-串联质谱法<sup>[18-23]</sup>、示波极谱法<sup>[24]</sup>、伏安法<sup>[25]</sup>、毛细管胶束电动色谱法<sup>[26]</sup>、毛细管电泳法<sup>[27]</sup>。我国用于食品中合成色素的测定的标准有国家标准GB/T5009.35-2003《食品中合成色素的测定》<sup>[28]</sup>以及行业标准SN/T1743-2006《食品中的诱惑红、酸性红、亮蓝、日落黄的含量检测高效液相色谱法》<sup>[29,30]</sup>。然而,现行的食品中合成色素的检测方法与标准多以饮料、糖、果汁等基质比较简单的食品为检测对象,而对于如鱼糜制品等蛋白质含量高且基质复杂的样品,合成色素与蛋白质强烈结合,在提取和净化过程中,难以分离,即使提取过程后再次沉淀蛋白,也将有大量色素吸附于沉淀蛋白中,从而导致检测回收率降低、稳定性变差等问题。因此,基于简单基质的食品的分析方法并不能准确检测这类食品中色素的含量。

为了对食品中常用的合成色素进行更为全面的检测,对食品安全状态进行更有效地监督,本研究针对合成色素提取过程中蛋白吸附问题,在前处理过程中利用低温冷冻去除蛋白的方法,进一步通过聚酰胺小柱进行净化和洗脱,通过高效液相色谱多波长检测柠檬黄、日落黄、苋菜红、胭脂红、赤藓红、诱惑红、亮蓝、靛蓝8种合成色素,结果显示利用低温冷冻方式去除蛋白,可以有效解决色素在蛋白上的吸附,使得方法回收率、灵敏度、稳定性明显提高,研究建立的方法适用于富含蛋白的加工食品中合成色素的检测。

## 2 材料与方法

### 2.1 材料与试剂

无水乙醇、氨水、柠檬酸、柠檬酸钠、乙酸铵、甲醇均为分析纯,购自国药试剂有限公司。实验用水为超纯水,由美国Millipore公司纯水仪制备。色素标准品柠檬黄、日落黄、苋菜红、胭脂红、赤藓红、诱惑红、亮蓝、靛蓝(德国Dr. Ehrenstorfer公司,纯度均大于90%)购自上海安谱实验科技股份有限公司。聚酰胺固相萃取柱(Cleanert-PA SPE, 500mg, 6mL),购自上海跃鹏贸易有限公司。合成着色剂实测样品为加工鱼糜制品(虾丸、鱼丸、蟹棒、鱼排),取自上海市铜川路水产批发市场、上海东方国际水产批发市场以及上海恒大水产批发市场。空白样品由水产批发市场购买的鲜活鱼、虾、蟹取可食部分匀浆后制备。

### 2.2 仪器与设备

高效液相色谱仪配紫外检测器(Agilent 1200, 安捷伦科技有限公司); 涡旋振荡器(IKA VOTEX X3, 德国艾卡仪器公司); 高速离心机(HITACHI CF16RXII, 日本日立仪器公司); 超声仪(BRANSON 5510, 美国必能信公司); 低温冰箱(SANYO BIOMEDICAL FREEZER, 日本三洋电机集团); 24位标准型固相萃取装置(西格玛奥德里奇(中国)有限公司)。

## 2.3 溶液配制

柠檬酸溶液: 称取柠檬酸( $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$ ) 21.01 g, 加水至 1000 mL, 混匀。

柠檬酸钠溶液: 称取柠檬酸钠( $Na_3C_6H_5O_7 \cdot 2H_2O$ , 分析纯) 29.41 g, 加水至 1000 mL, 混匀。

乙酸铵溶液(20 mmol/L): 称取 1.54 g 乙酸铵, 加水 100 mL, 加氨水 1 mL, 继续加水至 1000 mL, 溶解, 混匀后, 经滤膜(0.45  $\mu m$ )过滤。

无水乙醇:氨水:水(7:2:1)溶液: 量取无水乙醇 70 mL、氨水 20 mL、水 10 mL, 混匀。

柠檬酸-柠檬酸钠缓冲液(pH=4): 分别吸取 0.1 mol/L 柠檬酸溶液 13.1 mL、0.1 mol/L 柠檬酸钠溶液 6.9 mL 混匀。

标准储备液: 准确称取柠檬黄、日落黄、苋菜红、胭脂红、赤藓红、诱惑红、亮蓝、靛蓝各 0.1000 g, 置于 100 mL 容量瓶中, 加水至刻度。此溶液含着色剂 1 mg/mL。标准储备液可密闭冷藏(4  $^{\circ}C$ )保存 1 个月。

混合标准使用液: 临用时取上述溶液 2.0 mL, 加水稀释至 100.0 mL, 摇匀, 配成每毫升相当 20.0  $\mu g$  的合成着色剂。混合标准使用液可冷藏(4  $^{\circ}C$ )保存 2 周。

## 2.4 实验方法

### 2.4.1 前处理方法

#### ①取样

样品可食用部分提取前经匀浆处理。

#### ②提取

准确称取样品  $5 \pm 0.005$  g 于 30 mL 离心管中, 加入无水乙醇:氨水:水(7:2:1)溶液 10 mL 混匀, 超声 10 min, 4000 r/min 离心 10 min, 取上清液转移至新的离心管中, 沉淀继续加入无水乙醇:氨水:水(7:2:1)溶液 10 mL、5 mL 提取两次。

#### ③冷冻除蛋白时间的选择

合并上清液, 于低温冰箱中-42  $^{\circ}C$  冷冻 0.5、1、3、5、12 h, 快速取出于冷冻离心机-5  $^{\circ}C$  条件下 8000 r/min 离心 5 min(为保证样品处于冷冻状态时快速离心, 可将样品在冷冻前即在天平上进行两两配平后, 从冰箱中取出后立即离心), 取上清液。

#### ④浓缩除氨

上清液转移至水浴锅中在接近沸腾的水中进行蒸发至 8~12 mL, 取出冷却至室温, 以 0.1 mol/L 柠檬酸溶液调节 pH 至 6~7, 得到提取液的浓缩液。

#### ⑤净化条件的选择

聚酰胺小柱经 6 mL 0.1 mol/L 柠檬酸溶液活化后, 加入浓缩液, 弃掉滤出液, 以 12 mL 柠檬酸-柠檬酸钠缓冲液(pH=4)洗涤小柱, 分别以纯甲醇、无水乙醇:氨水:水(7:2:1)溶液和 0.1 mol/L 的氢氧化钠洗脱, 每种洗脱剂分别使用 1、3、5 mL 进行优化, 弃掉最初 0.3 mL 流出液, 收集剩余流出液并抽干小柱。流出液在 50  $^{\circ}C$  下氮气吹至 0.8 mL 以下, 加乙酸铵溶液至 1 mL, 充分溶解残渣, 样液经 0.22  $\mu m$  水相微孔滤膜过滤, 滤液供液相色谱测定。

### 2.4.2 色谱条件的优化

Agilent 1200 液相色谱系统; Agilent extend-C18, 250 mm $\times$ 4.6 mm, 5  $\mu m$  色谱柱; 柱温: 30  $^{\circ}C$ ; 流动相 A 相分别为 20 mmol/L 乙酸铵溶液、20 mmol/L 乙酸铵+0.1%氨水溶液和纯水 B: 甲醇; 梯度洗脱; 流速: 1 mL/min; 通过分离后进行 200~800 nm 全波长扫描后确定各合成色素的最佳检测波长; 进样量: 25  $\mu L$ ; 检测器: DAD 检测器。

### 2.4.3 基质加标曲线制备

准确称取空白样品  $5 \pm 0.005$  g 于 30 mL 离心管中, 分别加入合成着色剂混合标准使用液 0.05、0.15、0.25、0.5、1、2.5 mL 于样品中, 充分混匀后, 于冰箱中冷藏放置过夜, 每个浓度水平重复 3 份样品, 按照步骤 2.4.1 中②~⑤进行处理。

### 2.4.4 方法准确性和精密度实验

称取经开发方法检测后不含 8 种待检色素的鱼糜加工品  $5 \pm 0.005$  g, 分别加入 5、15、30  $\mu g$  混合标准色素溶液, 充分混匀后, 于冰箱中冷藏放置过夜, 每个浓度水平重复 6 份样品, 加标样品按照经过优化后的前处理方式和仪器条件进行检测。以鱼糜加工品的样品加标回收率表示方法的准确度, 以加标浓度的相对标准偏差(RSD)表示方法的精密度。

## 3 结果与讨论

### 3.1 蛋白去除方法的优化

根据 GB/T5009.35-2003 方法, 在进行沉淀蛋白时, 由于合成色素与蛋白强烈的吸附作用, 导致大部分色素吸附于沉淀蛋白表面而降低了方法的回收率和稳定性。本方法建立了通过低温冷冻促使提取液对蛋白溶解度降低, 同时保持蛋白表面电荷与四维结构可顺利地合成色素与蛋白质分离。对提取液在-42  $^{\circ}C$  下的冷冻时间进行优化, 得到蛋白沉淀量如图 1 所示。分析结果可以看出将提取液置于低温下冷冻

3 h 以上, 沉淀蛋白量不再明显增加, 因此, 冷冻放置至该时间点以上可基本沉淀出溶液中的蛋白。

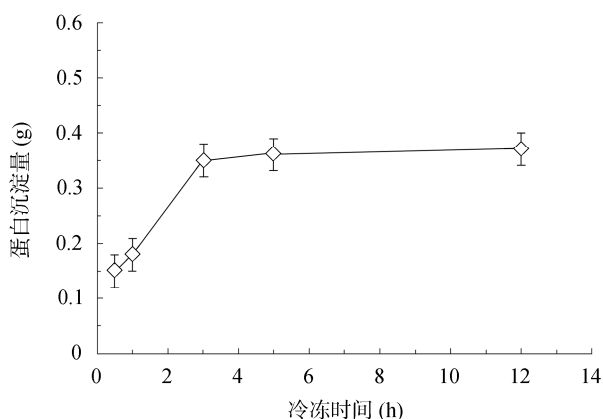


图1 蛋白沉淀质量与低温冷冻时间关系图

Fig. 1 Relationship between the precipitated protein and the duration of freezing in low temperature.

### 3.2 净化方法的选择

由于合成色素在弱酸性和碱性条件下带负电的性质, 建立方法采用酰胺固相萃取柱进行色素的吸附、净化和洗脱。相比 GB/T5009.35-2003 方法, 该方法具有操作简便、快速、试剂消耗少的特点。分别采用甲醇、无水乙醇:氨水:水(7:2:1)溶液和 0.1 mol/L 的氢氧化钠进行洗脱。通过收集洗脱液的颜色可以看出, 甲醇溶液基本无色, 固相萃取柱上色素存在清晰的色素保留层。而无水乙醇:氨水:水(7:2:1)溶液和 0.1 mol/L 的氢氧化钠溶液则可以有效地洗脱固相萃取柱上的合成色素。由于氢氧化钠洗脱后, 氮吹过程时间

明显延长并且有较多的氢氧化钠残留, 使得液相分析过程中保留时间不稳定, 因此, 本方法采用无水乙醇:氨水:水(7:2:1)溶液作为洗脱液。进一步, 分别采用 1、3、5 mL 的乙醇:氨水:水(7:2:1)溶液进行洗脱, 通过液相色谱分析定量后其回收率如表 1 所示。可知 3 mL 洗脱液可以完全洗脱固相萃取柱上吸附的色素。

### 3.3 流动相的选择与色谱梯度洗脱条件的设定

本研究比较了以 20 mmol/L 乙酸铵溶液、20 mmol/L 乙酸铵+0.1%氨水溶液和纯水分别作为水相, 甲醇作为有机相对 8 种合成色素的分离效果。结果发现, 以纯水作为流动相时, 柠檬黄和苋菜红不能够在色谱柱上保留, 随杂质一起在死时间处出峰, 因此不能够对 8 种色素同时分离。以 20 mmol/L 乙酸铵溶液进行液相分离时, 苋菜红的保留时间不稳定, 可能与其在酸性条件下结构不稳定有关。而采用 20 mmol/L 乙酸铵溶液及其 0.1%氨水溶液作为流动相时, 8 种色素可以有效地分离, 且保留时间稳定。优化后, 流动相设置如表 2 所示, 为了优化分离效果, 采用梯度流动相洗脱模式, 前 4 min 以 10%比例的水相进行洗脱, 洗掉大部分强极性生物杂质, 随后 6 min, 线性提高甲醇的比例至 100%, 可以将 8 种有机相在该时间段很好的分离, 继续维持 100%甲醇比例 3 min 进行清洗色谱柱并回至初始流动相比例稳定 3 min, 整个洗脱过程耗时 16 min, 实现了 8 种色素在色谱柱上的有效分离。

### 3.4 色谱检测波长的选择

由于 8 种合成色素在 200~800 nm 波长之间具有

表 1 不同的乙醇:氨水:水(7:2:1)溶液洗脱体积下色素的回收率  
Table 1 Recoveries of synthetic food colorants under different volume of elute [ethanol: ammonium hydroxide: water (7:2:1)]

合成色素	1 mL 洗脱体积		3 mL 洗脱体积		5 mL 洗脱体积	
	回收率(%)	RSD(n=6, %)	回收率(%)	RSD(n=6, %)	回收率(%)	RSD(n=6, %)
柠檬黄	45.6	6.5	89.2	4.1	90.5	3.8
日落黄	35.8	5.4	93.5	3.5	89.7	3.7
苋菜红	42.7	3.9	87.2	2.6	86.2	3.1
胭脂红	51.6	5.4	88.5	1.8	90.5	1.5
赤藓红	38.2	8.6	79.5	4.8	81.6	3.9
诱惑红	38.2	5.1	81.3	1.4	79.5	2.7
亮蓝	18.5	7.6	89.5	3.2	91.2	1.9
靛蓝	19.6	9.2	87.2	2.7	89.4	2.4

不同的吸收性质, 为了提高色谱检测的灵敏度, 对 8 种合成色素分离后进行全波段扫描, 确定每一种色素的最佳检测波长。值得注意的是苋菜红、靛蓝、赤藓红、日落黄在 200~300 nm 的紫外区吸收比可见区高, 但由于洗脱过程中, 流动相比比例一直变化, 产生明显的溶剂背景干扰, 因此, 这些化合物的最佳检测波长选择在可见光区域, 8 种化合物的最佳检测波长如表 3 所示。色谱信号检测过程中采用 8 通道同时检测, 得到 8 条色谱检测曲线, 分别对应 8 种合成色素的最佳检测波长条件, 其色谱分离情况如图 2 所示。

### 3.5 线性范围、检测限、回收率与精密度

基于对去蛋白方法、固相萃取柱洗脱剂、液相分离和检测条件的选择和优化, 采用基质加标曲线方式对样品进行定量, 加标样品 8 种合成色素的浓度分别为 0.2、0.6、1、2、4、10 mg/kg, 经过前处理后, 进行液相色谱检测, 以保留时间定性、峰面积定量, 以各合成色素的浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标绘制标准曲线, 计算线性回归方程。结果显示 8 种合成色素在 0.6~10 mg/kg 范围内线性关系良好, 其回归方程、相关系数和以 3 倍信噪比的方法确定本方法的检出限如表 4 所示。

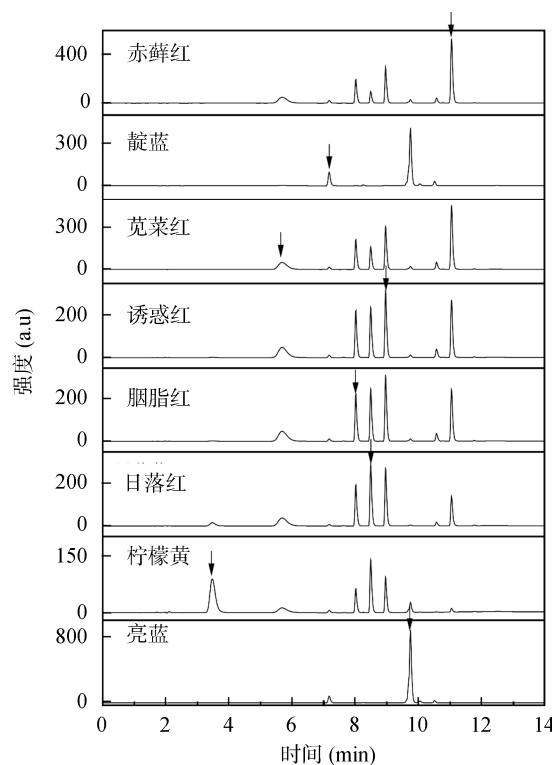


图 2 8种合成色素的色谱分离图

Fig. 2 Chromatography of 8 synthetic colorants

表 2 液相色谱分离时流动相比比例及流速变化

Table 2 Evolution of the ratio and flow rate of mobile phase on separation

时间(min)	0~4	4~10	10~13	13~13.1	13.1~16
甲醇比例(%)	10~12	12~100	100	100~10	10
乙酸铵溶液(20 mmol/L) 比例(%)	90~88	88~0	0	0~90	90
流速(mL/min)	1.2	1	1	1	1

表 3 8种合成色素的最佳检测波长

Table 3 The optimum wavelength for detection of 8 synthetic colorants

着色剂	亮蓝	柠檬黄	日落黄	胭脂红	诱惑红	苋菜红	靛蓝	赤藓红
检测波长(nm)	630	430	490	510	512	523	602	530

表 4 8种合成色素的线性曲线、相关系数以及检测限

Table 4 Linear relationship, correlation coefficient and limit of detection for 8 synthetic colorants

合成色素	线性关系及相关系数	检测限(mg/kg)
柠檬黄	$Y=49.95X+43.49, R=0.998$	0.3
苋菜红	$Y=47.32X+45.72, R=0.996$	0.3
靛蓝	$Y=19.13X+3.48, R=0.997$	0.4
胭脂红	$Y=46.28X+50.33, R=0.997$	0.25
日落黄	$Y=57.65X+57.37, R=0.996$	0.25
诱惑红	$Y=62.06X+61.33, R=0.997$	0.25
亮蓝	$Y=219.43X+234.81, R=0.995$	0.1
赤藓红	$Y=113.86X+94.60, R=0.996$	0.1

通过各6份5、15、30  $\mu\text{g}$ 混合标准色素溶液样品加标后,检测结果显示样品加标回收率在75%~95%之间,其相对标准偏差在3.6%~9.3%,结果表明方法的准确度和精密度良好。

#### 4 结 论

本研究初步建立了针对富含蛋白的食品中的合成色素的测定方法。通过低温冷冻方式去除样品提取液中的蛋白,以及利用聚酰胺固相萃取柱进行合成色素的富集和净化,高效液相色谱法同时测定了富含蛋白加工食品中的8种合成色素的残留量。现有国家标准GB/T5009.35-2003《食品中合成色素的测定》以及行业标准SN/T1743-2006《食品中的诱惑红、酸性红、亮蓝、日落黄的含量检测高效液相色谱法》多以饮料、糖、果汁等基质比较简单的食品为检测对象而开发,在针对富含蛋白的样品进行前处理操作时,合成色素与蛋白质强烈结合,在提取和净化过程中,难以分离,即使提取过程后再次沉淀蛋白,也将有大量色素吸附于沉淀蛋白中,从而导致检测回收率降低、稳定性变差等问题。而本研究开发方法针对富含蛋白基质的样品,在前处理过程中利用低温冷冻去除蛋白的方法,可有效地解决色素提取过程中蛋白吸附问题。

不仅如此,本研究采用的聚酰胺色谱柱直接吸附洗脱净化提取液的方法,整个过程大约1小时左右,而现有国家标准采用热水条件下聚酰胺粉吸附、碱性溶液解吸附以及垂熔漏斗过滤净化,耗费时间至少3小时,因此,该方法操作过程明显减少、操作方式简便,减少了前处理时间。本研究通过对比实践国家标准检测方法和开发方法结果显示,在实验条件下,研究开发方法线性良好,重复性高,操作相对简便,结果准确,灵敏度高,检测时间缩短,适用于开发针对鱼糜等富含蛋白的加工食品中合成色素的残留检测。

#### 参考文献

- [1] 肖海龙, 屠海云, 王红青, 等. 反相高效液相色谱法快速测定食品中18种水溶性合成着色剂[J]. 中国卫生检验杂志, 2011, 21(2): 264-266.  
Xiao HL, Tu HY, Wang HQ, *et al.* Rapid method for simultaneous determination of 18 water-soluble synthetic pigments in food by RP-HPLC[J]. Chin J Health Lab Technol, 2011, 21(2): 264-266.
- [2] 奚星林, 邵仕萍, 徐娟, 等. 固相萃取-高效液相色谱法同时测定食品中12种合成色素[J]. 中国食品卫生杂志, 2012, 24(3): 217-222.  
Xi XL, Shao SP, Xu J, *et al.* Simultaneous determination of 12 synthetic colorants in foods with solid-phase extracted high performance liquid chromatography[J]. Chin J Food Hyg, 2012, 24(3): 217-222.
- [3] Pourreza N, Rastegarzadeh S, Larki A. Determination of Allura red in food samples after cloud point extraction using mixed micelles[J]. Food Chem, 2011, 126(3): 1465-1469.
- [4] 胡汉高, 张红菱, 周威, 等. 高效液相色谱法检测熟肉制品中5种人工合成色素方法的建立[J]. 食品科学, 2011, 32(20): 171-174.  
Hu HG, Zhang HL, Zhou W, *et al.* Development of an HPLC method for determination of five artificial food pigment in cooked meat products[J]. Food Sci, 2011, 32(20): 171-174.
- [5] 刘慧慧, 宫向红, 徐英江, 等. 固相萃取-高效液相色谱法同时测定海米中10种合成色素[J]. 食品科学, 2014, 35(4): 170-173.  
Liu HH, Gong XH, Xu YJ, *et al.* simultaneous determination of 10 synthetic pigments in dried shrimps using solid-phase extraction-high performance liquid chromatography[J]. Food Sci, 2014, 35(4): 170-173.
- [6] 徐宝财. 加强食品添加剂基础研究保障食品质量安全[J]. 食品安全质量检测学报, 2014, 5(1): 113-114.  
Xu BC. Enhancement of basic research on food additives for food quality and security[J]. J Food Saf Qual, 2014, 5(1): 113-114.
- [7] GB 2760-2011 食品添加剂使用标准[S].  
GB 2760-2011 Standard for the use of food additives[S].
- [8] 黎路, 黄晓晶. 食品中着色剂的检测方法研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2014, 5(1): 142-147.  
Li L, Huang XJ. Research progress on the detection method of food colorant[J]. J Food Saf Qual, 2014, 5(1): 142-147.
- [9] Tang TX, Xu XJ, Wang DM, *et al.* A rapid and green limit test method for five synthetic colorants in foods using polyamide thin-layer chromatography[J]. Food Anal Method, 2014, 7(6): 1-8.
- [10] Wu H, Guo JB, Du LM, *et al.* A rapid shaking-based ionic liquid dispersive liquid phase microextraction for the simultaneous determination of six synthetic food colourants in soft drinks, sugar- and gelatin-based confectionery by high-performance liquid chromatography[J]. Food Chem, 2013, 141(1): 182-186.
- [11] Liao QG, Li WH, Luo LG. Applicability of accelerated solvent extraction for synthetic colorants analysis in meat products with ultrahigh performance liquid chromatography-photodiode array detection[J]. Anal Chim Acta, 2012, 716: 128-132.
- [12] Petigara Harp B, Miranda-Bermudez E, Barrows JN. Determination of seven certified color additives in food products

- using liquid chromatography[J]. *J Agric Food Chem*, 2013, 61(15): 3726–3736.
- [13] Boley NP, Bunton NG, Crosby NT. Determination of synthetic colours in foods using high-performance liquid chromatography [J]. *Analyst*, 1980, 105(1251): 589–599.
- [14] Pagáčiková D, Lehotay J. Determination of synthetic colors in meat products using high-performance liquid chromatography with photodiode array detector[J]. *J Liq Chromatogr Related Technol*, In press, DOI: 10.1080/10826076.2014.922473.
- [15] 陈彦凤, 肖白曼, 孙艳芳, 等. 固相萃取-高效液相色谱法测定肉制品中合成着色剂的含量[J]. *中国食品卫生杂志*, 2013, 25(5): 428–430.  
Chen YF, Xiao BM, Sun YF, *et al.* Determination of synthetic colorants in meat products by SPE-HPLC[J]. *Chin J Food Hyg*, 2013, 25(5): 428–430.
- [16] 潘旭, 王全林, 沈坚, 等. 蟹制品中合成色素的多组分同时测定方法研究[J]. *分析实验室*, 2010, 29(9): 47–51.  
Pan X, Wang QL, Shen J, *et al.* Study on simultaneous determination of synthetic colorants in crab products[J]. *Chin J Anal Lab*, 2010, 29(9): 47–51.
- [17] Chen QC, Mou SF, Hou XP, *et al.* Determination of eight synthetic food colorants in drinks by high-performance ion chromatography[J]. *J Chromatogr A*, 1998, 827(1): 73–81.
- [18] Zou TT, He PL, Yasen A, *et al.* Determination of seven synthetic dyes in animal feeds and meat by high performance liquid chromatography with diode array and tandem mass detectors[J]. *Food Chem*, 2013, 138(2-3): 1742–1748.
- [19] Li J, Ding XM, Zheng JX, *et al.* Determination of synthetic dyes in bean and meat products by liquid chromatography with tandem mass spectrometry[J]. *J Sep Sci*, 2014, 37(17): 2439–2445.
- [20] 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 Method*, 2014, 6(2): 537–547.
- [21] Ji C, Feng F, Chen ZX, *et al.* Highly sensitive determination of 10 dyes in food with complex matrices using SPE followed by UPLC-DAD-TANDEM mass spectrometry[J]. *J Liq Chromatogr Relat Technol*, 2011, 34(2): 93–105.
- [22] Reyns T, Belpaire C, Geeraerts C, *et al.* Multi-dye residue analysis of triarylmethane, xanthene, phenothiazine and phenoxazine dyes in fish tissues by ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. *J Chromatogr B*, 2014, 953–954: 92–101.
- [23] Fang GZ, Wu Y, Dong XM, *et al.* Simultaneous determination of banned acid orange dyes and basic orange dyes in foodstuffs by liquid chromatography-tandem electrospray ionization mass spectrometry via negative/positive ion switching mode[J]. *J Agric Food Chem*, 2013, 61(16): 3834–3841.
- [24] 宋新, 纪双利, 杨丽, 等. 示波极谱法在食品合成食用色素测定中的应用[J]. *中国食品卫生杂志*, 2009, 21(5): 422–423.  
Song X, Ji SL, Yang L, *et al.* Application of oscillopolarography in synthetic food colorants determination[J]. *Chin J Food Hyg*, 2009, 21(5): 422–423.
- [25] Medeiros RA, Lourenco BC, Rocha-Filho RC, *et al.* Simultaneous voltammetric determination of synthetic colorants in food using a cathodically pretreated boron-doped diamond electrode[J]. *Talanta*, 2012, 97: 291–297.
- [26] Thompson CO, Trenerry VC. Determination of synthetic colours in confectionery and cordials by micellarelectrokinetic capillary chromatography[J]. *J Chromatogr A*, 1995, 704(1): 195–201.
- [27] 韩双艳, 崔堂兵, 林小琼, 等. 毛细管电泳在食品添加剂检测中的应用[J]. *广东农业科学*, 2009, (8): 237–241.  
Han SY, Cui TB, Lin XQ, *et al.* Application of capillary electrophoresis in food additives detection[J]. *Guangdong Agric Sci*, 2009, (8): 237–241.
- [28] GB/T 5009.35-2003 食品中人工合成着色剂的测定方法[S].  
GB/T 5009.35-2003 Determination of synthetic colour in foods[S].
- [29] 洪红, 戚平, 刘冬豪, 等. 食品中违禁色素种类及高通量检测技术进展[J]. *食品安全质量检测学报*, 2014, 5(8): 2448–2456.  
Hong H, Qi P, Liu DH, *et al.* Progress on high throughput detection technology for banned dyes in food[J]. *J Food Saf Qual*, 2014, 5(8): 2448–2456.
- [30] SN/T 1743-2006 食品中的诱惑红、酸性红、亮蓝、日落黄的含量检测高效液相色谱法[S].  
SN/T 1743-2006 Determination of allure red AC, carmonsine, brilliant blue FCF, sunset yellow FCF in food-High performance liquid chromatographic method[S].

(责任编辑: 杨翠娜)

### 作者简介



孔 聪, 博士, 助理研究员, 主要研究方向为水产品有害物质残留检测方法开发、代谢研究及风险评估。  
E-mail: kongcong@gmail.com



蔡友琼, 研究员, 农业部水产品质量安全监督检验测试中心(上海)常务副主任, 主要研究方向为水产品质量安全检测。  
E-mail: caiyouqiong@163.com