

固相萃取-超高效液相色谱法同时测定蜜饯中 9种合成色素

林芳, 李涛*, 王一欣, 刘海静, 张丽

(陕西省食品药品检验所, 西安 710065)

摘要: **目的** 建立固相萃取-超高效液相色谱法同时测定蜜饯中柠檬黄、新红、胭脂红、苋菜红、靛蓝、日落黄、诱惑红、亮蓝、赤藓红 9 种合成色素。**方法** 样品采用乙醇氨提取, 阴离子固相萃取小柱净化, 经 ZORBAX SB-C₁₈ 色谱柱分离, 甲醇和 0.02 mol/L 乙酸铵为流动相梯度洗脱, 流速 0.4 mL/min。采用二极管阵列检测器, 采集 254 nm(0~8.0 min)、300 nm(8.0~9.5 min)、254 nm(9.5~18.0 min) 色谱合成图进行外标法定量, 并通过与对照品的光谱比对进行确证。**结果** 9 种合成色素在 18 min 内可有效分离, 在 0.4~40 μg/mL 的线性范围内相关系数均为 0.9999, 平均回收率为 80.1%~98.6%, 相对标准偏差为 1.8%~5.2%, 检测限为 1~2 ng。**结论** 该方法前处理简单、检测快速、回收率满意且重复性好, 可作为蜜饯中 9 种合成色素的检测方法。

关键词: 蜜饯; 合成色素; 固相萃取; 超高效液相色谱法

Simultaneous determination of 9 kinds of synthetic pigments in preserved fruit by solid phase extraction-ultra high performance liquid chromatography

LIN Fang, LI Tao*, WANG Yi-Xin, LIU Hai-Jing, ZHANG Li

(Shaanxi Institute for Food and Drug Control, Xi'an 710065, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the simultaneous determination of 9 kinds of synthetic pigments (lemon yellow, new red, neococcin, amaranth, indigotine, sunset yellow, allura red, brilliant blue FCF, and erythrosin B disodium salt) in preserved fruits by solid phase extraction-ultra performance liquid chromatography (SPE-UPLC). **Methods** Samples were extracted using ethanolamine and cleaned up on an anion exchanging solid phase extraction column. ZORBAX SB-C₁₈ column was applied with mobile phase consisting of methanol and 0.02 mol/L ammonium acetate by gradient elution with a flow rate of 0.4 mL/min. The 9 kinds of synthetic pigments were detected by photodiode array detector and a composite chromatogram with detection wavelength of 254 nm (0~8.0 min), 300 nm (8.0~9.5 min), and 254 nm (9.5~18.0 min) was for quantification by an external standard method. **Results** Nine kinds of synthetic pigments could be effectively separated within 18 min, and the standard curves had a good linearity over the concentration range of 0.4~40 μg/mL. The correlation coefficients were 0.9999. The average recoveries ranged from 80.1% to 98.6% with relative standard deviations (RSDs) of 1.8%~5.2%. The detection limits for the 9 kinds of synthetic pigments

基金项目: 陕西省科技统筹创新工程项目(2014FWPT-01)

Fund: Supported by the Shaanxi Province Science and Technology Co-ordination Innovation Project (2014FWPT-01)

*通讯作者: 李涛, 副主任药师, 主要研究方向为食品及保健食品检验, 食品安全快速检测技术研究。E-mail: westyx@126.com

*Corresponding author: LI Tao, Assistant Director Pharmacist, Shaanxi Institute for Food and Drug Control, No.21, Kejiwu Road, Gaoxin District, Xi'an 710065, China. E-mail: westyx@126.com

ranged from 1 to 2 ng. **Conclusion** This method has the advantages of simple pretreatment, fast detection, satisfied with recovery rate and good reproducibility, and is suitable for the determination of the 9 kinds of synthetic pigments in preserved fruits.

KEY WORDS: preserved fruits; synthetic pigments; solid phase extraction; ultra performance liquid chromatography

1 引言

合成色素是以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。合成色素色泽鲜艳、用量少、性质稳定、易着色,且价格相对便宜,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]。迄今为止,大部分食用合成色素不但不能供给人体所需营养,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^[1,2]。近年来,以果蔬等为主要原料,添加(或不添加)食品添加剂和其他辅料,经糖或蜂蜜或食盐腌制(或不腌制)等工艺制成的蜜饯类制品的质量问题,特别是超限量、超范围使用合成色素等食品添加剂的问题,越来越受到社会各界的关注^[3-8]。自2013年国家食品监管职能调整以来,国家食药总局食品监督抽检和风险监测工作已经连续3年要求各省监测以蜜饯类食品为代表的水果制品中9种合成色素的含量。

目前蜜饯类食品合成色素的检测主要参照国标 GB/T5009.35-2003《食品中合成着色剂的测定》^[9]、GB/T5009.141-2003《食品中诱惑红的测定》^[10]、SN/T1743-2006《食品中的诱惑红、酸性红、亮蓝、日落黄的含量检测》^[11]需采用多个液相系统才能完成对9种合成色素的检测,且样品前处理较复杂,检测耗时长。相关文献^[12,13]报道的检测方法多是采用聚酰胺粉吸附进行样品前处理,而且多是针对这些人工合成色素中的一种或几种,还未见到关于本文9种合成色素在蜜饯类食品中同时检测的报道。工作实践表明,这些色素在蜜饯类食品中存在一定程度的滥用,因此如果能够简化前处理操作,并实现一个液相系统对9种合成色素的同时快速测定,将有效提高实验效率。

本研究根据合成色素的结构特点^[14]及蜜饯食品高糖(盐)、高粘度等特点,采用固相萃取法前处理,大大降低前处理的工作量,回收满足检测需求。利用

超高效液相色谱较普通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^[15-17],建立了超高效液相色谱法同时检测蜜饯中的9种合成色素,优化色谱分离条件,缩短检测时间,二极管阵列检测器还可实现对检出色素的光谱确证,使检测结果更加准确可靠。

2 材料与方法

2.1 仪器与设备

1290 infinity 超高效液相色谱仪,配有1290二极管阵列检测器(美国 Agilent 公司); AE-240 双量程电子天平(瑞士 Mettler Toledo 公司); AS20500B 超声波清洗器(天津奥特赛恩斯仪器有限公司); PB-10 酸度计(德国 Sartorius 公司); CR22N 型离心机(日立公司); Synergy 型超纯水仪(美国 MILLIPORE 公司); ETTL-DC II 型氮吹仪(北京同泰科技发展有限公司); 数显恒温水浴(江苏省金华市荣华仪器制造有限公司); 12 位固相萃取缸(天津博纳艾吉尔公司)。

2.2 材料与试剂

材料:检测样品为2015年国家食品监督抽检监测工作中从本省内各地市抽取的各类蜜饯样品,如猕猴桃干,狗头枣片、柿子糕、山楂糕、果丹皮等,基本涵盖了蜜饯凉果大类项下的蜜饯类、凉果类、果脯类、果糕类、果丹(饼)类等所有细类产品共100余批。

试剂:甲醇(HPLC级,德国 Meker 公司); 乙酸铵(99.0%,美国 Fluka 公司); 柠檬酸、氨水、聚酰胺粉(200目)(国药集团化学试剂有限公司); 所有前处理有机试剂均为国产分析纯。混合型弱阴离子交换固相萃取小柱(150 mg/6 mL,天津博纳艾吉尔公司)。实验用水均为超纯水,前处理及对照品配制用水经柠檬酸(200 g/L)调 pH 值至 6。

对照品:柠檬黄(91.0%)、苋菜红(87.4%)、日落黄(89.0%)、诱惑红(86.9%),中国药品生物制品检定所;新红(89.0%)、靛蓝(92.0%)、亮蓝(93.4%)、赤藓

红(91.7%), 德国 Dr. Ehrenstorfer GmbH 公司; 胭脂红(99.0%), 美国 SIGMA-ALDRICH 公司。

2.3 实验方法

2.3.1 对照品溶液的配制

准确称取 2.2 所述 9 种对照品各约 25 mg, 用水配成质量浓度约 1 mg/mL 的单标储备液, 取各单标储备液适量, 配成混合标准储备液, 其中柠檬黄、新红、胭脂红、苋菜红、靛蓝、日落黄、诱惑红、亮蓝、赤藓红的质量浓度约为 40 $\mu\text{g/mL}$, 再由混合标准储备液梯度稀释, 得到 9 种合成色素的系列混合标准曲线溶液, 质量浓度为 0.4~40 $\mu\text{g/mL}$ 。

2.3.2 样品前处理

处理方法 1(固相萃取法): 将蜜饯样品粉碎并混合均匀, 由于蜜饯样品糖、油含量较高, 部分样品粘度较大, 需对样品进行冷冻后再迅速粉碎。称取 2.0~4.0 g 至 50 mL 离心管中, 加入 6~10 mL 乙醇氨溶液(无水乙醇、氨水、水按 7:2:1(V:V:V)比例混匀制得), 涡旋提取 1 min, 5000 r/min 离心 5 min, 收集上清液, 重复提取 3~5 次至提取液无色, 合并上清液于 100 mL 蒸发皿中。将蒸发皿置于 80 $^{\circ}\text{C}$ 水浴上氮吹浓缩至 3 mL 左右, 转移至 10 mL 离心管中, 用水少量多次洗涤蒸发皿, 至洗涤液基本无色。合并洗涤液于离心管中, 用柠檬酸(200 g/L)调 pH 值至 6 左右, 备用。将固相萃取小柱安装在固相萃取缸上, 分别用 6 mL 甲醇、6 mL 水活化小柱, 再将提取液逐次全部加入小柱, 然后用 6~10 mL 水(若提取液糖分较高, 可用 50 $^{\circ}\text{C}$ 温热水)和 6 mL 甲醇分别淋洗小柱, 最后用 10~15 mL 2%(V:V)氯化甲醇洗脱, 收集洗脱液于 50 $^{\circ}\text{C}$ 水浴上氮气吹至近干, 用水复溶并定容至 5 mL, 过 0.45 μm 水系滤膜, 待测。

处理方法 2(国标方法): 参照国标 GB/T5009.35-2003^[9]法处理, 含有赤藓红以外的 8 种合成色素的样品采用聚酰胺吸附法处理, 含有赤藓红的样品采用液-液分配法处理, 最后定溶体积均为 5 mL, 过 0.45 μm 水系滤膜, 待测。

2.3.3 HPLC 测定条件

色谱柱: ZORBAX SB-C₁₈(100 mm \times 2.1 mm, 1.8 μm); 柱温 30 $^{\circ}\text{C}$; 流速 0.4 mL/min; 进样量 10 μL 。流动相 A: 甲醇, 流动相 B: 0.02 mol/L 乙酸铵溶液; 梯度洗脱。

检测波长: 0~8.0 min 检测波长 254 nm; 8.0~9.5 min 检测波长 300 nm; 9.5~18.0 min 检测波长 254 nm。

叠加后形成 0~18.0 min 的色谱图。

光谱条件: 光谱范围 190~600 nm; 光谱步进值 2.0 nm; 光谱采集模式: 全部。

3 结果与分析

3.1 色谱条件的优化

以 ZORBAX SB-C₁₈(2.1 mm \times 100 mm, 1.8 μm)作为分析柱。以流动相 A: 甲醇, 流动相 B: 0.02 mol/L 乙酸铵溶液作为流动相^[13,18,19], 梯度洗脱, 调整流动相比例, 优化洗脱条件。优化后的洗脱条件见表 1, 可使 9 种合成色素保持足够的分离度和良好的峰形, 经相同色谱条件下的对照品单标溶液定位, 可确定 9 种色素的出峰顺序和保留时间(样品中的亮蓝组分存在同分异构体, 因此该色谱峰出现分叉, 定量时需将两个峰同时代入积分计算)。

同时采集 9 种合成色素的光谱图。其中, 柠檬黄、新红、胭脂红、苋菜红、靛蓝、日落黄、诱惑红、赤藓红在 250 nm 波长左右信号响应值最高, 而亮蓝在 300 nm 波长左右才有较好响应信号值。因此, 选择 0~8.0 min 采集 254 nm 波长图谱, 8.0~9.5 min 采集 300 nm 波长图谱(亮蓝出峰位置), 9.5~18.0 min 再采集 254 nm 波长图谱, 通过 Agilent 1290 Chemstation 软件合成为一张图谱, 作为检测结果图谱。9 种合成色素的混合标准溶液分离色谱图见图 1。

表 1 梯度洗脱条件
Table 1 Conditions of gradient elution

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0	10	90
2.0	10	90
5.0	30	70
10.0	80	20
12.0	80	20
12.1	10	90
18.0	10	90

3.2 线性关系、定量限和检测限

将 2.3.1 得到的 9 种合成色素的系列混合标准溶液, 按 3.1 色谱条件进行检测, 以对应的色谱图峰面积为纵坐标(Y), 质量浓度为横坐标(X, $\mu\text{g/mL}$)进行回归分析。结果表明, 9 种合成色素在该范围内呈良好

的线性关系,线性相关系数(r)均为 0.9999,说明本方法适用于蜜饯中 9 种合成色素的定量分析。

在本实验条件下,将混合标曲溶液连续稀释,以对应色谱峰响应值大于 3 倍信噪比(R_{SN})的质量浓度作为本方法的检测限浓度。检测限浓度结合本方法进样体积,得到本方法的检测限 LODs (ng)为 1~2 ng。

以混合标曲最低点作为本方法的定量限浓度。定量限浓度结合本方法的进样体积,确定本方法定量限 LOQs (ng)。表 2 为 9 种合成色素的线性方程、相关系数、线性范围、定量限、检测限,并与国标方法的检出限进行比较,本方法中 7 种色素的检出限低于国标方法,另 2 种色素,国标方法未涉及。结果表明与传统国标法相比,该方法的检测灵敏度更高。

3.3 不同前处理方法回收率及精密度的比较

固相萃取方法目前已较广泛的应用于合成色素

的检测研究中^[20,21],与传统的国标方法相比,固相萃取法在处理过程中没有对 pH 值的苛刻要求,对可能含有赤藓红的样品也无需单独处理。相比传统的国标方法,使用固相萃取改进后的方法使得单个样品的前处理时间平均缩短 2/3,简化了实验操作步骤。

选取代表性基质空白样品(猕猴桃干),加入适量的混合标准储备液,使加标样品最终质量浓度达到 5 倍线性最低点、10 倍线性最低点、50 倍线性最低点,3 个添加水平。按 2.3.2 中的方法 1、方法 2 分别进行处理(赤藓红的加标回收采用液-液分配法),每个添加水平平行做 6 份样,每个样品重复测定 2 次。通过回收率及其精密度的比较,固相萃取法较国标方法获得了更满意的回收,结果如表 3 所示。本研究选择方法 1 即固相萃取法作为样品的前处理方法。

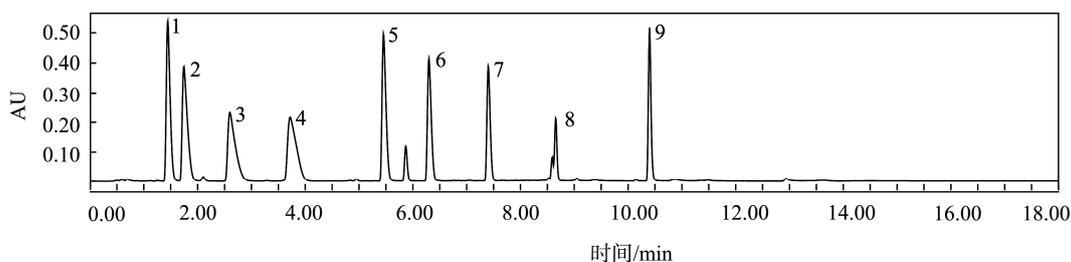


图 1 9 种合成色素混合标准溶液色谱图(40 µg/mL)

Fig. 1 Chromatogram of mixed 9 kinds of synthetic pigments standard solution (40 µg/mL)

1.柠檬黄; 2.新红; 3.苋菜红; 4.靛蓝; 5.胭脂红; 6.日落黄; 7.诱惑红; 8.亮蓝; 9.赤藓红

1. lemon yellow; 2. new red; 3. amaranth; 4. indigotine; 5. neucocцин; 6. sunset yellow; 7. allura red; 8. brilliant blue FCF; 9. erythrosin B disodium salt

表 2 9 种合成色素的线性方程、相关系数、线性范围、定量限、检测限

Table 2 Calibration curves, correlation coefficients(r), Linear ranges, limits of quantification(LOQs), limits of detection (LODs) of 9 synthetic pigments

化合物名称	线性方程	r	线性范围/(µg/mL)	定量限/ng	检测限/ng	检测限(国标法)/ng
柠檬黄	$Y=72446.06X+2655.953$	0.9999	0.4~40	4	1	4
新红	$Y=55244.83X+2077.686$	0.9999	0.4~40	4	1	5
苋菜红	$Y=66131.41X+1257.699$	0.9999	0.4~40	4	1	6
靛蓝	$Y=53189.66X-4993.924$	0.9999	0.4~40	4	1	-
胭脂红	$Y=62501.39X+2422.497$	0.9999	0.4~40	4	1	8
日落黄	$Y=56254.28X+1569.379$	0.9999	0.4~40	4	1	7
诱惑红	$Y=48760.30X+2411.191$	0.9999	0.4~40	4	1	-
亮蓝	$Y=22989.10X+712.0577$	0.9999	0.4~40	4	2	26
赤藓红	$Y=46779.80X+361.6784$	0.9999	0.4~40	4	1	18

注: 检出限(国标法)为 GB/T5009.35-2003《食品中合成着色剂的测定》^[9]提供数值; -为没有具体值

表 3 9 种合成色素不同处理方法的加标回收率和精密
度($n=6$)Table 3 Recoveries and RSD of 9 synthetic pigments
with different processing methods ($n=6$)

化合物 名称	加标 浓度 /($\mu\text{g/mL}$)	处理方法 1		处理方法 2	
		回收率 /%	RSD/%	回收率 /%	RSD/%
柠檬黄	2	94.0	3.1	92.2	4.3
	4	95.5	2.7	93.4	3.8
	20	96.3	3.6	95.6	3.9
新红	2	80.8	4.3	72.5	3.0
	4	84.1	2.3	77.9	2.1
	20	88.9	2.2	82.4	3.3
苋菜红	2	80.6	3.9	79.8	3.4
	4	87.4	3.5	83.7	2.5
	20	92.8	2.6	86.5	2.8
靛蓝	2	80.1	4.7	71.6	5.2
	4	85.0	4.1	75.8	4.7
	20	84.3	3.2	73.3	3.9
胭脂红	2	85.4	3.1	77.5	3.0
	4	84.3	2.8	80.7	2.5
	20	90.8	3.2	83.2	2.7
日落黄	2	90.4	3.0	80.6	3.4
	4	91.1	2.2	84.2	3.0
	20	91.7	2.4	89.1	4.5
诱惑红	2	84.6	2.8	83.5	3.8
	4	83.4	3.7	80.4	3.1
	20	89.8	3.1	84.8	2.7
亮蓝	2	94.4	2.4	77.5	4.9
	4	96.8	2.5	80.4	4.0
	20	98.6	1.8	81.8	3.4
赤藓红	2	93.4	2.1	68.7	5.0
	4	96.7	2.0	70.5	4.1
	20	98.3	1.9	74.9	4.2

3.4 方法的稳定性及重复性

取混合标准对照品溶液分别在 0、12、24、48、72 h 进样, 计算 9 种合成色素在不同检测时间点峰面积的 RSD, RSD 在 0.92%~2.87%。同时, 选取含色素的样品, 按 2.3.2 方法 1 处理, 分别在 0、12、24、48、72 h 相同条件进样, 对应合成色素在不同检测时间点含量的 RSD 在 2.02%~3.65%, 说明对照品和样品在 72 h 内的稳定性良好。

取同批次含合成色素样品 6 份, 6 份样品检出色素峰面积的 RSD 为 4.35%, 说明本方法重复性良好。

3.5 实际样品检测与光谱确证分析

同时采集对照品和样品在 190~600 nm 波长处的光谱, 根据 9 种合成色素的特征吸收光谱建立光谱库, 当检测到样品有与对照品保留时间一致的色谱峰时, 即与该标准对照品进行光谱匹配度检索, 匹配度达 90% 以上且峰纯度较高(>90%) 时, 可判断为该类别合成色素, 同时可计算出该合成色素的含量。

9 种合成色素在 190~600 nm 的特征吸收光谱见图 2。某厂家样品狗头枣片按照 2.3.2 处理方法 1 前处理, 2.3.3 色谱及光谱条件检测, 色谱图见图 3。峰 a 与胭脂红保留时间一致, 且光谱特征一致, 见图 4, 证实样品含有色素胭脂红, 测定值为 0.094 g/kg(根据 GB2760-2014, 胭脂红在蜜饯凉果中的最大允许添加了量为 0.05 g/kg)。

采用本试验方法对 2015 年国家食品监督抽检监测工作中从本省内各地市抽取的 100 余批各类蜜饯样品进行检测, 结果显示 1 批狗头枣片胭脂红超标, 5 批猕猴桃果干亮蓝超范围使用。

3.6 方法学对比

采用 GB/T 5009.35-2003《食品中合成着色剂的测定》^[9]与本试验方法对某样品中亮蓝进行测定, 色谱图见图 5。

检测工作中, 测定出超范围使用亮蓝的 5 份样品, 均同时采用国标法进行了检测并与本文方法进行结果比对, 评价方法可行性, 测定结果见表 4。两种方法测定结果较接近, 本方法检测结果略高于国标方法。此与 3.3 表 3 中改进方法的回收率高于国标法实验结果相一致。说明本方法测定蜜饯中色素具有较好的准确度, 符合检验方法的要求, 试验结果科学可靠。

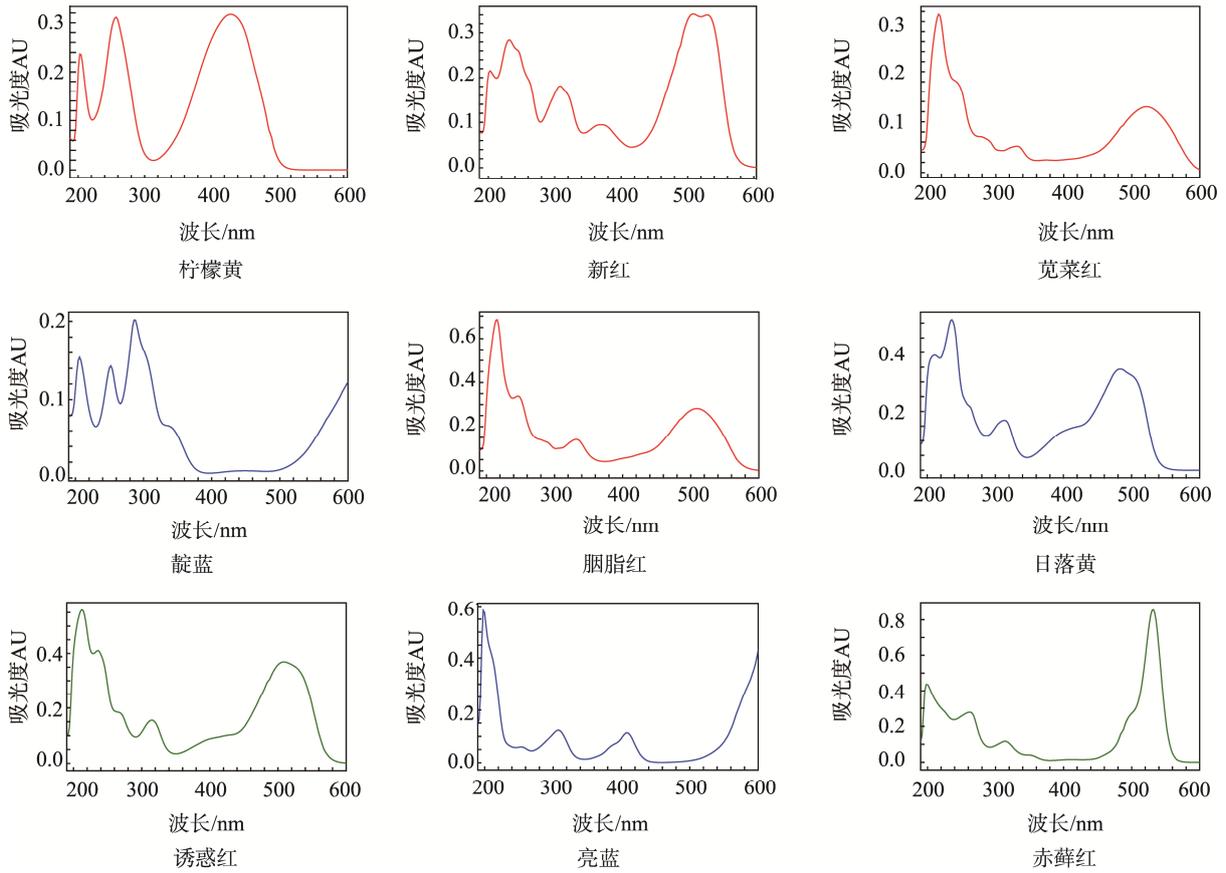


图 2 9 种合成色素的特征吸收光谱库

Fig. 2 Characteristic absorption spectral library of 9 synthetic pigments

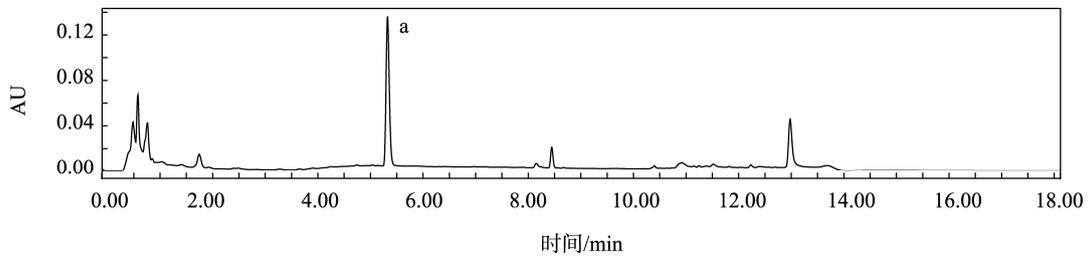


图 3 蜜饯样品色谱图

Fig. 3 Chromatogram of preserved fruit sample

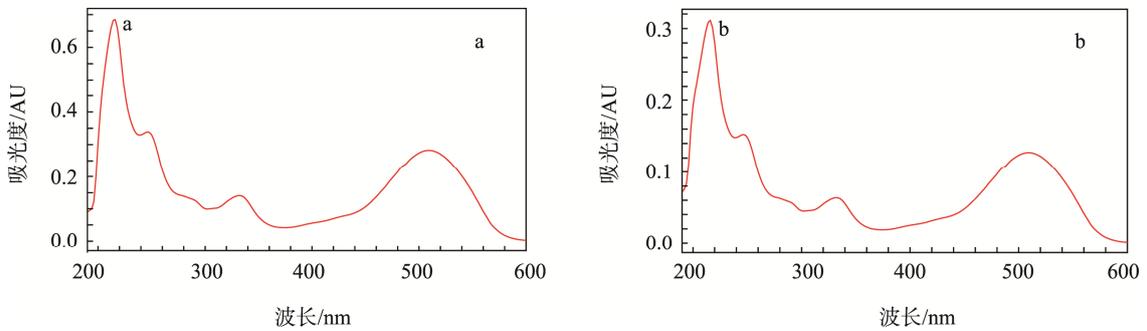


图 4 胭脂红标品(a)与检出蜜饯样品(b)光谱对比图

Fig. 4 Comparison of spectral of neococchine standard and preserved fruit sample

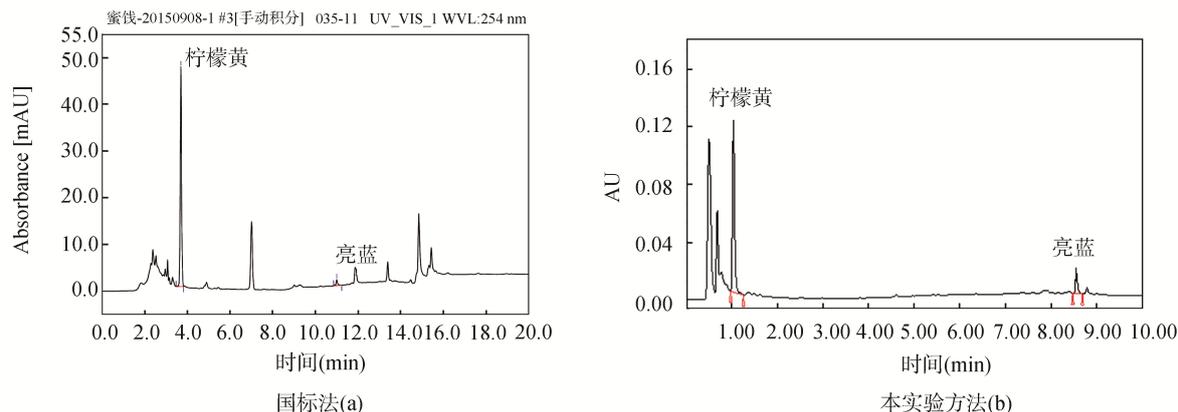


图 5 国标法(a)与本试验方法(b)检测某样品中亮蓝色谱对比图

Fig. 5 Chromatogram comparison of national standard method and the testing method for the detection of brilliant blue FCF

表 4 国标法和本试验方法对样品中亮蓝含量的测定结果对比

Table 4 Result comparison of national standard method and the testing method for the determination of brilliant blue FCF

样品编号	含量(国标法)/ (mg/kg)	含量(本试验方法)/ (mg/kg)
01	1.0	1.2
02	0.80	0.90
03	1.7	2.1
04	2.1	2.2
05	1.0	1.0

4 结 论

本研究建立了 SPE-UPLC 方法同时测定蜜饯中 9 种合成色素。该方法较国标方法, 大大简化了前处理过程, 通过不同时间段检测波长的切换, 达到信号响应最大化。该方法回收和稳定性良好, 实现了一个液相系统对 9 种合成色素的快速测定, 通过 DAD 光谱比对, 可对检出化合物进一步确证。本方法优于国标方法, 可用于蜜饯中 9 种合成色素的测定。

参考文献

- [1] 张彦青, 李 伟, 李亚茹, 等. 食用合成色素检测方法研究进展及其发展前景[J]. 山东化工, 2015, 44(11): 40-41.
Zhang YQ, Li W, Li YR, *et al.* Research advances of detection methods and develop trends of synthetic edible pigments [J]. Shandong Chem Ind, 2015, 44(11): 40-41.
- [2] 马晓燕. 几种合成色素的同时检测及其对细胞毒性研究[D].

杭州: 中国计量学院, 2012.

Ma XY. Simultaneous determination and cytotoxicity of several synthetic colorants [D]. Hangzhou: China Jiliang University, 2012.

- [3] GB/T 10782-2006 蜜饯通则[S].
GB/T 10782-2006 General rule for preserved fruits[S].
- [4] 彭艳发, 胡菊英, 彭志兵, 等. 蜜饯产业发展中存在的问题分析[J]. 安徽农业科学, 2012, 40(34): 16822-16824.
Peng YF, Hu JY, Peng ZB, *et al.* Analysis on problems in Chinese candy industry development [J]. J Anhui Agric Sci, 2012, 40 (34): 16822-16824.
- [5] 虞成华, 王向龙. 蜜饯让人欢喜让人忧[J]. 消费指南, 2012, (6): 28-29.
Yu CH, Wang XL. Candy cause people both happiness and worried [J]. Cons Guid, 2012, (6): 28-29.
- [6] 刘学铭, 肖更生, 陈卫东. 当前我国果脯蜜饯行业存在的问题与对策[J]. 现代食品科技, 2006, 22(2): 199-201.
Liu XM, Xiao GS, Chen WD. Main problems in preserved fruit industry and measures for improvement [J]. Mod Food Sci Technol, 2006, 22(2): 199-201.
- [7] 黄浦雁. 蜜饯生产中添加剂大量超标的现状调查[J]. 中国公共卫生, 2000, 16(6): 503.
Huang PY. The status quo of over-standardized additives in candy manufacture [J]. Chin J Pub Health, 2000, 16(6): 503.
- [8] 王昌, 杨天, 柳其芳. 深圳市售蜜饯中糖精和色素含量调查[J]. 广东卫生防疫, 1995, 21(3): 74.
Wang C, Yang T, Liu QF. The survey of the saccharin and pigment content in candy on sale in Shenzhen [J]. Guangdong J Health Epid Prev, 1995, 21(3): 74.
- [9] GB/T 5009.35-2003 食品中合成着色剂的测定[S].
GB/T 5009.35-2003 Determination of synthetic colour in foods

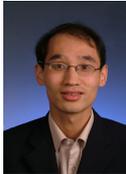
- [S].
- [10] GB/T 5009.141-2003 食品中诱惑红的测定[S].
GB/T 5009.141-2003 Determination of allura red in foods [S].
- [11] SN/T 1743-2006 食品中的诱惑红、酸性红、亮蓝、日落黄的含量检测 高效液相色谱法[S].
SN/T 1743-2006 Determination of allure red AC, carmosine, brilliant blue FCF, sunset yellow FCF in food-High performance liquid chromatography [S].
- [12] 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, (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, (5): 1941-1947.
- [13] 戚荣平, 孟琪, 桑娴, 等. 聚酰胺粉吸附-高效液相色谱法测定蜜饯中合成着色剂[J]. 中国卫生检验杂志, 2015, 25(10): 1525-1527
Qi RP, Meng Q, Sang X, *et al.* Determination of synthetic colorants in preserved fruit by polyamide adsorption-HPLC [J]. Chin J Health Lab Technol, 25(10): 1525-1527.
- [14] 赵延长, 董英, 张峰, 等. 食品中46种禁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 YC, Dong Y, Zhang F, *et al.* Study on system of sequential extraction and cleaning of 46 forbidden and limited synthetic pigments in food stuff [J]. Chin J Anal Chem, 2012, 40(2): 249-256.
- [15] 刘颖, 周建良, 李萍. 快速高效液相色谱分离技术在中药分析中的应用[J]. 色谱, 2009, 27(5): 682-689.
Liu Y, Zhou JL, Li P. Applications of fast and ultra performance liquid chromatography in the analysis of Chinese herbal medicines [J]. Chin J Chromatogr, 2009, 27(5): 682-689.
- [16] 郝桂明, 唐素芳. 超高效液相色谱在药物分析中的应用[J]. 天津药学, 2009, 21(6): 64-69.
Hao GM, Tang SF. Applications of ultra performance liquid chromatography in pharmaceutical analysis [J]. Tianjin Pharm, 2009, 21(6): 64-69.
- [17] 赵明霞, 胡基埂, 吴方千, 等. 超高压液相色谱系统的研究进展[J]. 分析试验室, 2009, 28(增刊): 137-140.
Zhao MX, Hu JG, Wu FQ, *et al.* The developments in ultra performance liquid chromatography systems [J]. Chin J Anal Lab, 2009, 28(supply): 137-140.
- [18] 周蓉, 牟仁祥, 许萍, 等. 高效液相色谱法同时测定食品中7种合成色素[J]. 粮食与食品工业, 2014, 21(6): 78-86.
Zhou R, Mou RX, Xu P, *et al.* Determination of 7 synthetic pigments in food by HPLC [J]. Cereal Food Ind, 2014, 21(6): 78-86.
- [19] 胡立立, 杨蝉, 史蕙, 等. HPLC-DAD法测定粗粮馒头中6种合成色素[J]. 食品科学, 2014, 35(02): 222-226.
Hu LL, 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(02): 222-226.
- [20] 刘艳琴, 王浩, 杨红梅, 等. 固相萃取-高效液相色谱法同时测定食品中9种人工合成色素[J]. 粮油加工, 2010, (12): 168-170.
Liu YQ, Wang H, Yang HM, *et al.* Simultaneous determination of nine synthetic pigments in food by solid phase extraction-high performance liquid chromatography [J]. Cereals Oils Prog, 2010, (12): 168-170.
- [21] 刘芳, 王彦, 王玉红, 等. 固相萃取-高效液相色谱-蒸发光散射检测法同时测定食品中5种人工合成甜味剂[J]. 色谱, 2013, 33(3): 292-297.
Liu F, Wang Y, Wang YH, *et al.* Simultaneous determination of five synthetic sweeteners in food by solid phase extraction-high performance liquid chromatography-evaporative light scattering detection [J]. Chin J Chromatogr, 2013, 33(3): 292-297.

(责任编辑: 杨翠娜)

作者简介



林芳, 硕士, 主管药师, 主要研究方向为食品、保健食品理化检验及安全性检测。
E-mail: fanqiehuayuan@126.com



李涛, 副主任药师, 主要研究方向为食品及保健食品检验, 食品安全快速检测技术研究。
E-mail: westyx@126.com