

超高效液相色谱-串联质谱法检测熟肉制品中 10 种工业染料残留

范 赛, 张 楠, 刘 平, 王莉莉, 吴国华, 赵 榕*

(北京市疾病预防控制中心, 北京市预防医学研究中心, 食物中毒诊断溯源技术北京市重点实验室, 北京 100013)

摘 要: 目的 建立超高效液相色谱—串联质谱法(ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS)测定熟肉制品中 10 种工业染料的检测方法。**方法** 熟肉制品样品均质后经乙腈、乙腈水溶液(1:1, V:V)分别提取后, 采用冷冻离心处理去除提取液中油脂及天然大分子色素。采用 ACQUITY UPLC BEH C₁₈ 色谱柱分离后, 用 UPLC-MS/MS 于电喷雾正离子源和多反应监测扫描模式下测定 10 种工业染料, 基质匹配标准曲线结合稳定同位素内标法定量。**结果** 10 种目标化合物阴性加标水平在 2、5、10 $\mu\text{g/kg}$ 下, 回收率为 68.5%~91.3%, 相对标准偏差为 2.4%~12.8%。10 种目标化合物的检出限为 0.05~0.7 $\mu\text{g/kg}$, 定量限为 0.15~2.0 $\mu\text{g/kg}$ 。用该方法对 30 件熟牛肉、熟猪肝、烤肠、香肠等样品进行了目标化合物的检测, 未检测到工业染料残留。**结论** 该方法操作简便、快速, 灵敏度和准确度高, 包含种类较宽, 具有一定的拓展性, 可为熟肉制品中工业染料残留的日常监控提供更方便、快捷的检测方法支持。

关键词: 工业染料; 超高效液相色谱-串联质谱法; 熟肉制品; 残留

Determination of 10 industrial dyes in cooked meat products by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

FAN Sai, ZHANG Nan, LIU Ping, WANG Li-Li, WU Guo-Hua, ZHAO Rong*

(Beijing Center for Disease Prevention and Control, Beijing Center for Prevention Medicine Research, Key Laboratory of Diagnostic and Traceability Technologies for Food Poisoning, Beijing 100013, China)

ABSTRACT: Objective To establish an analytical method for determination of 10 industrial dyes residues in cooked meat products by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS). **Methods** After homogenization, cooked samples were extracted with acetonitrile and acetonitrile-water (1:1, V:V), and then the oil and natural macromolecular pigment in the extraction solution were removed by freezing and centrifuging. The separation was performed on ACQUITY UPLC BEH C₁₈ column, then the 10 industrial dyes were detected by UPLC-MS/MS with ESI positive ion scan (ESI+) in mode of multiple reaction monitoring (MRM) and quantified by matrix standard curve combined with stable isotope internal standard method for quantification. **Results** At the spiked level of 2, 5 and 10 $\mu\text{g/kg}$, the recoveries of each compound were in the range of 68.5%–91.3% with the relative standard deviation of 2.4%–12.8%. The limits of detection were 0.05–0.7 $\mu\text{g/kg}$ and the limits of quantitative were

基金项目: 科技部“食品安全关键技术研发”重点专项项目(2017FYC1600500)

Fund: Supported by the Special Program for Key Technology in Food Safety of the Ministry of Science and Technology of China (2017FYC1600500)

*通讯作者: 赵榕, 主任技师, 主要研究方向为食品安全。E-mail: lxue@yeah.net

*Corresponding author: ZHAO Rong, Senior Technician, Beijing Center for Disease Prevention and Control/Beijing Center for Prevention Medicine Research/Key Laboratory of Diagnostic and Traceability Technologies for Food Poisoning, Beijing, 100013, China, No. 16, Hepingli, East District, Beijing 100013, China. E-mail: lxue@yeah.net

0.15–2.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ for the 10 targets compounds. This method was used to detect the target compounds in 30 samples of cooked beef, cooked pig liver, baked sausage and sausage so on, and no industrial dye residue was detected.

Conclusion The proposed method is simple, fast, sensitive and accurate, with a wide variety and a certain development. It can provide a more convenient and fast detection method for daily monitoring of industrial dye residues in cooked meat products.

KEY WORDS: industrial dye; ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; cooked meat products; residues

1 引言

工业染料是用于纺织品、皮革制品及木制品的染色的物质, 由于其色泽鲜艳, 稳定性好, 价格便宜, 因此在利益的诱惑下, 一些具有严重危害的非食用物质常被不法分子非法添加于食品中, 严重威胁人们的健康, 引起了广泛关注, 自 2008 年以来陆续发布了多个批次《食品中可能违法添加的非食用物质和易滥用的食品添加剂名单》与国家标准^[1-4]。质监部门多次组织开展了豆制品及重点食品的专项检查, 食品中非法添加工业染料的态势得到了很大程度的缓解, 但仍有豆制品中被查出添加工业染料的报道^[5], 因此, 为加强国内熟肉制品中违法添加的监管力度, 建立境内境外有可能添加的工业染料同时检测的方法十分必要。

动物性食品通常基质复杂, 特别是加工后的熟肉制品, 在对其检测和分析之前需要对样品进行前处理, 以消除其他成分的干扰。而目前普通食品中, 包括豆制品、膨化食品、辣椒粉、调味料等非法添加的工业染料的检测报道很多, 针对熟肉制品的报道相对较少^[6,7]。常见的检测方法有液相色谱法^[9-11]和液相色谱串联质谱法^[5-8], 以及酶联免疫法(enzyme linked immunosorbent assay, ELISA)检测^[12-14], ELISA 检测针对性差, 假阳性高, 传统液相色谱溶剂消耗量大, 对环境不友好, 并且也存在一定的假阳性, 随着拉曼光谱的普及, 拉曼光谱逐步应用到了食品中工业染料的检测^[15,16], 但与传统液相色谱串联质谱相比, 拉曼光谱虽然具有减少了溶剂的污染, 携带方便的优点, 但拉曼光谱仅适合针对单一或两三种残留的检测, 针对多残留的检测, 目前主流设备依然是液相色谱串联质谱。因此, 本研究采用高效液相色谱串联质谱法, 对熟肉制品如熟牛肉、熟猪肝、熟香肠等常见熟肉制品中的 10 种工业染料进行了检测, 该方法快速、简便、易于操作, 为熟肉制品中常见工业染料的快速检测提供参考依据。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

Waters ACQUITYTM 超高效液相色谱仪、Waters Xevo

TQ-S 质谱仪(美国 Waters 公司); T25 Basic 型均质器(美国 Sigma 公司); Milli-Q 超纯水制备系统(美国 Millipore 公司)。

甲醇、乙腈、乙酸铵(色谱纯, 北京迪马科技公司)。

标准品: 罗丹明 B(rhodamine B)、红 2G(RED 2G)、苏丹红 I-IV(Sudan I、Sudan II、Sudan III、Sudan IV)、碱性橙 2(chrysoidine G)、碱性橙 21(orange 21)、碱性橙 22(orange 22)、酸性橙 II(orange 2)、氘代内标: D5-苏丹红 I(D5-Sudan I)、D6-苏丹红 IV(D6-Sudan IV)(纯度大于 95%, 德国 Dr.Ehretorfer GmbH 公司)。

2.2 样品来源

采集北京地区流通区域的超市、农贸市场的熟肉制品样品 30 件, 包括 10 件熟牛肉、10 件熟猪肝、5 件熟香肠、5 件烤肠。

2.3 实验方法

2.3.1 溶液配制

10 种工业染料标准储备溶液(1.0 mg/mL): 分别精密称取罗丹明 B、红 2G、苏丹红 I-IV、碱性橙 2、碱性橙 21、碱性橙 22、酸性橙 II 各 0.010 g, 置 10 mL 量瓶中, 用乙腈溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作为标准品储备溶液(1.0 mg/mL)于 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存。需要时各取储备液 0.1 mL 置于 10 mL 棕色容量瓶中, 用乙腈稀释 100 倍后, 配制成 10 mg/L 的混合中间液。使用前将中间液用乙腈稀释配制成 1 mg/L 的混合标准液。内标储备液: 精密称取 D5-苏丹红 I、D6-苏丹红 IV 各 0.010 g, 置 10 mL 量瓶中, 用乙腈溶解并稀释至刻度, 摇匀, 作为标准品储备溶液(1.0 mg/mL)于 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存。需要时各取储备液 0.1 mL 置于 10 mL 棕色容量瓶中, 用乙腈稀释 100 倍后, 配制成 10 mg/L 的混合中间液。

2.3.2 样品前处理

称取 5.0 g(精确至 0.01 g)均质的熟肉制品样品于 50 mL 塑料离心管内, 加入 100 $\mu\text{g}/\text{L}$ 内标加入 10 mL 乙腈, 涡旋混匀 30 s, 超声萃取 30 min, 静置分层, $0\sim 4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下 12000 r/min 离心 10 min, 转移上清液(乙腈层)于另一 50 mL 刻度管内, 残渣中再加入 10 mL 乙腈水溶液(1:1, V/V)提取 1 次, 合并 2 次上清后, 取上清液 500 μL , 加入 500 μL 水, 后于 $0\sim 4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下 12000 r/min 离心 5 min, 直接上

UPLC-MS/MS 测定。

2.3.3 液相色谱-串联质谱条件

(1) 液相色谱条件

色谱柱 ACQUITY UPLC BEH C₁₈ (100 mm×2.1 mm, 1.7 μm), 柱温 40 °C, 样品室温度 4 °C, 进样体积 5 μL。流动相 A 为乙腈, 流动相 B 为 20 mmol/L 乙酸铵水溶液, 梯度洗脱。梯度洗脱条件见表 1。

(2) 质谱条件

电离方式: 电喷雾正离子模式(ESI+); 多反应监测模式(multiple reaction monitoring, MRM)采集, 毛细管电压 3.50 kV, 离子源温度 150 °C, 脱溶剂温度 500 °C, 脱溶剂气流量 1000 L/h, 锥孔气流量 150 L/h, 碰撞室压力

0.33 Pa。其他质谱条件见表 2。

表 1 液相色谱参考梯度条件
Table 1 Mobile phase gradient elution conditions

时间/min	流速/(mL/min)	A/%	B/%
0.0	0.25	5	95
7.0	0.25	100	0
10.0	0.25	100	0
10.1	0.25	5	95
12.0	0.25	5	95

表 2 10 种工业染料的主要参考质谱参数
Table 2 MS parameters of 10 industrial dyes

化合物名称	保留时间/min	母离子(m/z)	锥孔电压/V	子离子(m/z)	碰撞能量/V
RED 2G	2.04	464.0	4	343.6*	32
				358.7	24
orange 2	3.21	326.9	12	155.6*	30
				170.6	24
orange 21	3.81	315.1	28	270.0*	36
				300.1	22
				76.8*	16
chrysoidine G	4.18	213.0	34	120.9	20
				355.1*	58
rhodamine B	4.21	443.2	34	399.1	42
				360.9*	36
orange 22	4.72	391.2	96	376.1	26
				97.9*	22
Sudan 1-D5	6.14	254.0	28	155.9	16
				92.9*	20
Sudan 1	6.17	249.0	14	155.9	14
				120.8*	18
Sudan 2	7.01	277.0	26	155.9	12
				76.8*	22
Sudan 3	7.43	353.0	12	155.9	20
				90.9*	24
Sudan 4	8.03	381.1	12	105.9	32
				90.9*	28
Sudan 4-D6	8.04	387.1	32	105.8	32

注: *为定量离子, 对不同质谱仪器, 仪器参数可能存在差异, 测定前应将质谱参数优化到最佳。

3 结果与分析

3.1 仪器条件优化

本研究通过流动注射 50 $\mu\text{g/L}$ 的以乙腈-水溶液(50:50, V:V)为溶剂的单标标准(包括氘代同位素内标), 并同时开启液相色谱流动相为乙腈-水溶液(50:50, V:V), 流速为 250 $\mu\text{L/min}$, 采用 ESI+和 ESI-模式进行质谱扫描, 化合物均是在 ESI+模式下有良好响应, 选定目标母离子, 对毛细管电压、锥孔电压、离子源温度、脱溶剂温度等条件进行了优化, 具体优化结果见表 2。

文献报道的工业染料多组分分析液相色谱常用的流

动相体系有乙腈-水溶液、0.1%甲酸-乙腈、10 mmol/L 乙酸铵水-甲醇、10 mmol/L 乙酸铵水-乙腈、20 mmol/L 乙酸铵水-甲醇、20 mmol/L 乙酸铵水-乙腈等。本试验选择依次按照相关的流动相条件进行分离, 乙腈-水溶液、0.1%甲酸-乙腈、10 mmol/L 乙酸铵水-甲醇、10 mmol/L 乙酸铵水-乙腈、20 mmol/L 乙酸铵水-甲醇中红 2G 均在 BEH C_{18} 柱上不保留, 存在出双峰的情况, 见图 1。而以 20 mmol/L 乙酸铵水-乙腈流动相, 经过流动相梯度优化后, 红 2G 得到较好的保留效果, 峰型良好。因此, 最终选择 20 mmol/L 乙酸铵水-乙腈作为流动相, 见图 2。

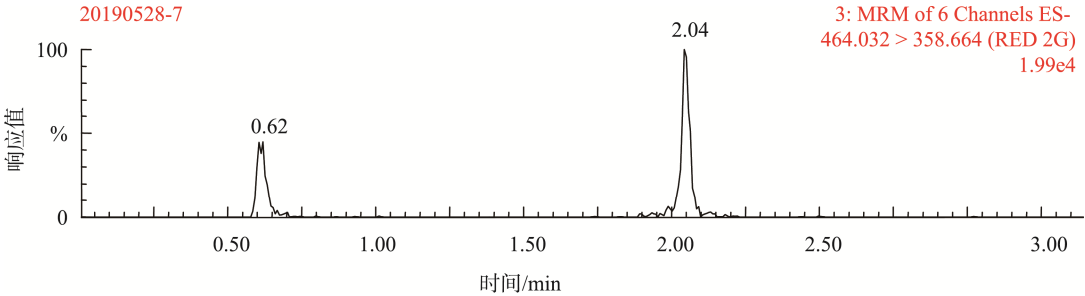


图 1 红 2G 标准定量离子的 MRM 图谱(10 $\mu\text{g/L}$)
Fig.1 Quantitative ion MRM spectra of red 2G Standard(10 $\mu\text{g/L}$)

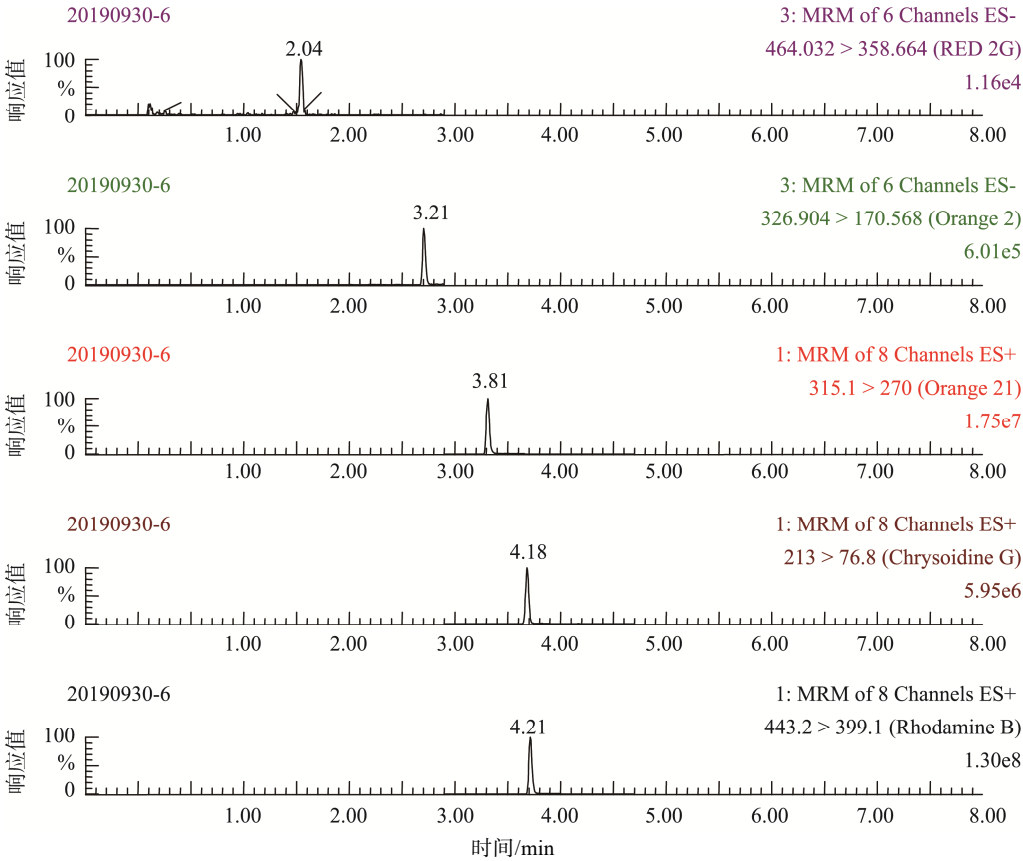
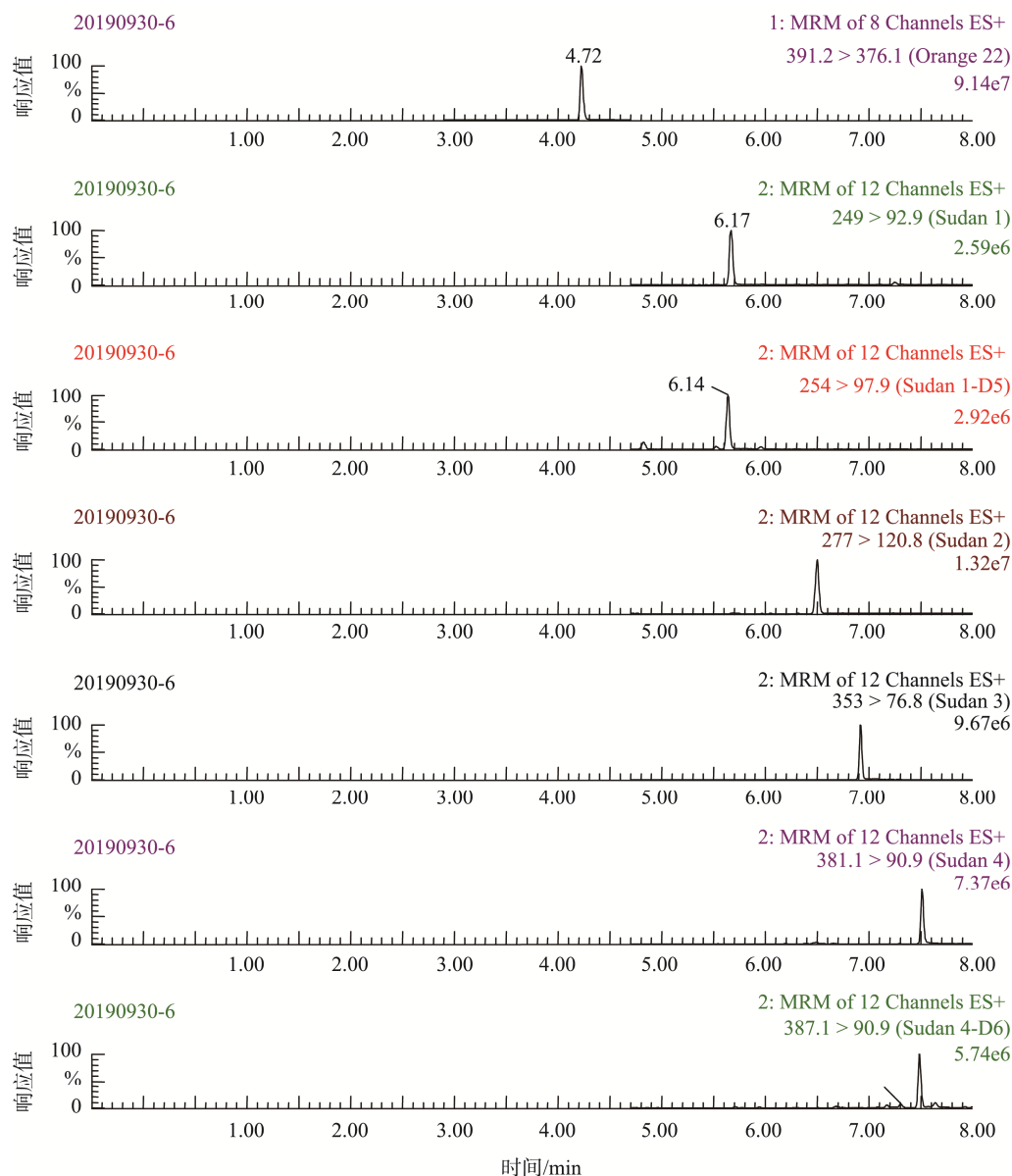


图 2 基质匹配标准的 MRM 定量离子提取色谱图(20 $\mu\text{g/kg}$)
Fig.2 Quantitative ion MRM spectra of matrix-matched standard (20 $\mu\text{g/kg}$)



续图 2 基质匹配标准的 MRM 定量离子提取色谱图(20 µg/kg)

Fig.2 Quantitative ion MRM spectra of matrix-matched standard (20 µg/kg)

3.2 前处理条件优化

有文献报道以丙酮和丙酮水为提取溶剂,对膨化食品中 10 种工业染料进行了提取和检测,但熟肉制品与膨化食品相比,熟肉制品中蛋白质与动物性脂肪较多,膨化食品中淀粉含量较高,因而二者的提取条件有较大的差异。单就化合物而言,红 2G 水溶性较强,罗丹明 B、碱性橙 2、碱性橙 21、碱性橙 22 和酸性橙 II 在水和有机溶剂中都具有一定的溶解性,苏丹红类化合物不溶于水,溶于有机溶剂。本研究依次采用丙酮水溶液(6:4, V:V)、纯乙腈、乙腈水溶液(9:1, V:V)、乙腈水溶液(7:3, V:V)提取样品中的工业染料。丙酮水溶液(6:4, V:V)易出现乳化现象,乙腈水

溶液(9:1, V:V)、乙腈水溶液(7:3, V:V)溶液回收率低于 60%,纯乙腈溶液具有较好的回收率,经冷冻去除脂肪后加入等体积水溶液后易浑浊,但过微孔滤膜极易导致目标物吸附到膜上,导致回收率下降,吸附效率与乙腈水的体积比成负相关,乙腈含量越高,吸附越少,但考虑到纯乙腈溶液作为上机溶剂,会导致峰出现前展,因此最终决定以 0~4 °C 下 12000 r/min 离心 5 min,不过膜,直接上 UPLC-MS/MS 测定。

3.3 方法的线性范围及检出限

为了更好地降低基质效应的干扰,本研究采用了基质匹配的标准溶液进行线性实验。空白基质溶液的制备:

称取 5.0 g(精确至 0.01 g)空白基质样品, 每份样品按上述萃取过程进行处理, 得到的基质提取液用于配制基质匹配工作曲线及高浓度样品溶液稀释。准确吸取 1.0 mg/L 的混合标准使用液, 用初始流动相复溶的空白基质溶液制成 0.2、0.5、1.0、5.0、10.0、20.0 µg/L 的标准系列溶液。以系列标准溶液中分析物的浓度(µg/L)与对应的氘代同位素内标的峰面积比值绘制校正曲线, 按内标法计算试样中工业染料的含量。各化合物在 0.2~20.0 µg/L 范围内呈良好线性相关, 相关系数(r)大于 0.9995。浓度为 5.0 µg/L 的基质混合标准溶液的二级质谱(MS2)的定量离子图见图 2, 同时做检测限试验, 计算方法的检出限和定量限。以信噪比(S/N)为 3 的含量定为方法的检出限(limit of detection, LOD), 以信噪比(S/N)为 10 的含量定为方法的定量限(limit

of quantitation, LOQ)。10 种工业染料的检出限在 0.05~0.7 µg/kg 之间, 定量限在 0.15~2.0 µg/kg 之间。所得的方法检出限与定量限见表 3。

3.4 方法的准确度及精密度

以阴性基质空白加标回收实验的回收率结果表示方法的准确度, 以回收率结果的相对标准偏差表示方法的精密度。加标回收试验采用空白熟牛肉、空白熟猪肝、空白熟香肠样品进行试验。将空白基质加标后进行提取和净化后进样分析。空白熟牛肉、熟猪肝、熟香肠加标水平分别为 2、5、20 µg/kg, 回收率在 68.5%~91.3%之间, 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)在 2.4%~12.8%之间, 详细结果见表 3~5。空白加标回收实验结果表明本方法的精密度和准确度基本良好。

表 3 熟牛肉样品加标回收率与方法检出限、定量限($n=6$)
Table 3 Recoveries, LODs and LOQs of cooked beef samples ($n=6$)

化合物	2 µg/kg		5 µg/kg		20 µg/kg		检出限 /(µg/kg)	定量限 /(µg/kg)
	回收率/%	RSD 值/%	回收率/%	RSD 值/%	回收率/%	RSD 值/%		
碱性橙 2	76.3	4.5	85.4	7.8	85.4	7.8	0.5	1.5
红 2G	75.8	5.1	86.7	7.2	86.7	7.2	0.7	2.0
碱性橙 2	77.2	9.8	85.2	9.1	85.2	9.1	0.5	1.5
碱性橙 21	75.3	2.4	87.6	10.3	87.6	10.3	0.5	1.5
碱性橙 22	74.3	9.7	85.6	6.4	85.6	6.4	0.5	1.5
罗丹明 B	75.6	8.1	89.2	6.4	89.2	6.4	0.05	0.15
苏丹红 I	88.3	8.2	87.6	7.9	87.6	7.9	0.5	1.5
苏丹红 II	82.3	5.9	83.6	10.6	83.6	10.6	0.5	1.5
苏丹红 III	79.3	8.9	91.3	5.2	91.3	5.2	0.5	1.5
苏丹红 IV	85.2	12.0	90.1	9.9	90.1	9.9	0.5	1.5

表 4 熟香肠样品加标回收率与方法检出限、定量限($n=6$)
Table 4 Recoveries, LODs and LOQs of baked sausage samples($n=6$)

化合物	2 µg/kg		5 µg/kg		20 µg/kg		检出限 /(µg/kg)	定量限 /(µg/kg)
	回收率/%	RSD 值/%	回收率/%	RSD 值/%	回收率/%	RSD 值/%		
碱性橙 2	71.9	4.8	80.7	8.2	80.7	8.2	0.6	1.8
红 2G	71.4	5.5	82.0	7.6	82.0	7.6	0.7	2.0
碱性橙 2	72.8	10.3	80.5	9.6	80.5	9.6	0.6	1.8
碱性橙 21	70.9	2.7	82.9	10.8	82.9	10.8	0.6	1.8
碱性橙 22	70.0	10.2	80.9	6.8	80.9	6.8	0.6	1.8
罗丹明 B	71.2	8.6	84.4	6.8	84.4	6.8	0.07	0.20
苏丹红 I	83.6	8.7	82.9	8.3	82.9	8.3	0.6	1.8
苏丹红 II	77.7	6.3	79.0	11.1	79.0	11.1	0.6	1.8
苏丹红 III	74.8	9.4	86.5	5.6	86.5	5.6	0.6	1.8
苏丹红 IV	80.5	12.6	85.5	10.4	85.3	10.4	0.6	1.8

表 5 熟猪肝样品加标回收率与方法检出限、定量限(n=6)
Table 5 Recoveries, LODs and LOQs of cooked pig liver samples(n=6)

化合物	2 µg/kg		5 µg/kg		20 µg/kg		检出限 /(µg/kg)	定量限 /(µg/kg)
	回收率/%	RSD 值/%	回收率/%	RSD 值/%	回收率/%	RSD 值/%		
碱性橙 2	70.4	4.9	79.0	8.4	79.0	8.4	0.6	1.8
红 2G	69.9	5.6	80.3	7.8	80.3	7.8	0.7	2
碱性橙 2	71.2	10.5	78.8	9.8	78.8	9.8	0.6	1.8
碱性橙 21	69.4	2.7	81.1	11.0	81.1	11.0	0.6	1.8
碱性橙 22	68.5	10.4	79.2	6.9	79.2	6.9	0.6	1.8
罗丹明 B	69.7	8.7	82.6	6.9	82.6	6.9	0.07	0.20
苏丹红 I	81.8	8.8	81.1	8.5	81.1	8.5	0.6	1.8
苏丹红II	76.1	6.4	77.3	11.3	77.3	11.3	0.6	1.8
苏丹红III	73.2	9.6	84.6	5.7	84.6	5.7	0.6	1.8
苏丹红 IV	78.8	12.8	83.7	10.6	83.5	10.6	0.6	1.8

3.5 实际样品测定

采集北京地区不同区域、不同市场的熟肉制品样品 30 件, 采用本方法进行检测, 未检测到阳性样本。

4 结 论

由于食品中工业染料的监测与管控, 工业染料的违禁使用已经得到了一定的抑制, 但仍有极少数不法商贩依旧在使用, 因此为了保障广大消费者的身体健康, 仍需要加强对熟肉制品中有害因素的监管。本研究建立了用乙腈提取, 超高效液相色谱串联质谱 MRM 模式检测熟肉制品中 10 种工业染料残留的测定方法。该方法准确可靠, 简便快速, 可用于熟肉制品中工业染料的多残留检测, 有助于市场中熟肉制品的监管, 推动该产业的健康发展, 保障人群食品安全。

参考文献

[1] Zacharis CK, Kika FS, Tzanavaras PD, *et al.* Development and validation of a rapid HPLC method for the determination of five banned fat-soluble colorants in spices using a narrow-bore monolithic column [J]. *Talanta*, 2011, 84(2): 480–486.

[2] GB 2760-2011 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准[S].
GB 2760-2011 National food safety standards-Standards for the use of food additives [S].

[3] 钟金汤. 偶氮染料及其代谢产物的化学结构与毒性关系的回顾与前瞻 [J]. *环境与职业医学*, 2004, 21(1): 58–62.
Zhong JT. Review of the mutagenicity, carcinogenicity and autoimmunity of azo dyes and their metabolites from the perspective of their structure-activity relationships [J]. *J Environ Occup Med*, 2004, 21(1): 58–62.

[4] 杨继远, 王继臣. 苏丹红的毒性及检测[J]. *商丘职业技术学院学报*, 2008, 7(2): 97–99.

Yang JY, Wang JC. Toxicity and detection of Sudan red [J]. *J Shangqiu Vocat Technol Coll*, 2008, 7(2): 97–99.

[5] 赵珊, 张晶, 丁晓静, 等. 超高效液相色谱电喷雾串联四极杆质谱法检测豆制品中 12 种禁用工业染料[J]. *分析测试学报*, 2016, 35(4): 432–437.
Zhao S, Zhang J, Ding XJ, *et al.* Determination of 12 banned dyes in soy products by ultra performance liquid chromatography with electrospray ionization tandem mass spectrometry [J]. *J Instrum Anal*, 2016, 35(4): 432–437.

[6] 程慧, 李兵, 占春瑞, 等. 腊肠中罗丹明 B 的高效液相色谱串联质谱检测方法[J]. *食品科学*, 2010, 31(4): 223–225.
Cheng H, Li B, Zhan CR, *et al.* Determination of rhodamine B in sausage by high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *Food Sci*, 2010, 31(4): 223–225.

[7] 蒋建荣, 张利明, 马晓艳. 高效液相色谱与超高效液相色谱—串联质谱测定熟食制品中酸性橙 II[J]. *中国卫生检验杂志*, 2008, 18(11): 2209–2211.
Jiang JR, Zhang LM, Ma XY. Determination of acidic orange II in cooked foods by high performance liquid chromatography and ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2008, 18(11): 2209–2211.

[8] Ying Z, Du Z, Yun Z. Simultaneous determination of 17 disperse dyes in textile by ultra-high performance supercritical fluid chromatography combined with tandem mass spectrometry [J]. *Talanta*, 2014, 127: 108–115.

[9] 朱亚娟, 李红叶, 左迪晓雪, 等. 高效液相色谱法测定番茄酱和番茄沙司中 6 种工业染料[J]. *兵团医学*, 2017, (3): 74–77.
Zhu YJ, Li HY, Zuo DXX, *et al.* Determination of six industrial dyes in tomato paste and tomato sauce by high performance liquid chromatography [J]. *Corp Med*, 2017, (3): 74–77.

[10] 汪霄峰, 周谷凉. 高效液相色谱法测定食品中苏丹红 I–IV[J]. *食品安全质量检测学报*, 2015, 6(5): 1919–1923.
Wang XF, Zhou GL. Determination of Sudan red I–IV in Food by high performance liquid chromatography [J]. *J Food Saf Qual*, 2015,

- 6(5):1919–1923.
- [11] GB/T 23496-2009 食品中禁用物质的检测 碱性橙染料 高效液相色谱法[S].
- GB/T 23496-2009 Detection of prohibited substances in foods-Alkaline orange dyes-High performance liquid chromatography [S].
- [12] 刘若璇. 酸性橙II单克隆抗体的制备及其 ELISA 检测方法的建立[D]. 扬州: 扬州大学, 2017.
- Liu RX. The preparation of acid orange II monoclonal antibody and to establish ELISA detection method [D]. Yangzhou: Yangzhou University, 2017.
- [13] Chang XC, Hu XZ, Li YQ, *et al.* Multi-determination of Para red and Sudan dyes in egg by a broad specific antibody based enzyme linked immunosorbent assay [J]. Food Control, 2011, (22): 1770–1775.
- [14] 范艳. 苏丹红I系列免疫学检测方法的建立及研究[D]. 南昌: 江西科技师范大学, 2015.
- Fan Y. Establishment and research of Sudan Red I series immunological detection method [D]. Nanchang: Jiangxi Science and Technology Normal University, 2015.
- [15] 王乐, 张爱霞, 陈晔, 等. 表面增强拉曼光谱法快速检测饮料中玫瑰红 B[J]. 食品研究与开发, 2018, 39(7): 126–130.
- Wang L, Zhang AX, Chen X, *et al.* Rapid detection of rose red B in beverages by surface-enhanced Raman spectroscopy [J]. Food Res Dev, 2018, 39(7): 126–130.
- [16] 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):101–106.
- Fu YP, Qi Y, Hu XP, *et al.* Study on the rapid simultaneous detection of illegally added alkaline orange II and acid orange II in food by TLC-SERS [J]. Spectrosc Spect Anal, 2018, (8): 101–106.

(责任编辑: 韩晓红)

作者简介

范 赛, 博士, 副研究员, 主要研究方向为食品安全。
E-mail: fansai@163.com

赵 榕, 主任技师, 主要研究方向为食品安全。
E-mail: lxyue@yeah.net