

超高效液相色谱-串联质谱法检测 豆制品中的碱性橙 2

陈悦铭, 钟玉心, 黄景初, 苏燕瑜, 陈嘉欣, 张 辉, 何咏欣, 蔡伟谊*

(广州市食品检验所, 广州 511400)

摘 要: 目的 建立超高效液相色谱-串联质谱法测定豆制品中碱性橙 2 含量的方法。**方法** 样品均质后, 用 0.4%乙酸-20 mmol/L 乙酸铵+乙腈(1:1, V:V)超声提取, 经混合型阳离子交换固相萃取柱净化, 氮吹、50%乙腈复溶后上机。采用 0.1%甲酸-10 mmol/L 甲酸铵(A)和乙腈(B)作为流动相进行梯度洗脱。质谱采用多反应监测模式对碱性橙 2 的定量离子和定性离子进行监测。**结果** 碱性橙 2 在 0.1~10.0 ng/mL 线性范围内线性关系良好, 相关系数大于 0.999。碱性橙 2 在 4.0、8.0 和 40.0 $\mu\text{g/kg}$ 添加水平的回收率为 86.2%~106.2%, 相对标准偏差不超过 3.6% ($n=6$), 方法定量限为 4.0 $\mu\text{g/kg}$ 。**结论** 该方法准确、灵敏, 适合豆制品中碱性橙 2 的测定分析。

关键词: 碱性橙 2; 豆制品; 阳离子交换固相萃取柱; 超高效液相色谱-串联质谱法

Determination of chrysoidine G in soy products by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

CHEN Yue-Ming, ZHONG Yu-Xin, HUANG Jing-Chu, SU Yan-Yu, CHEN Jia-Xin,
ZHANG Hui, HE Yong-Xin, CAI Wei-Yi*

(Guangzhou Food Inspection Institute, Guangzhou 511400, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of chrysoidine G in soy products by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry. **Methods** After homogenization, the sample was extracted by 0.4% acetic acid -20 mmol/L ammonium acetate+acetonitrile (1:1, V:V), purified by mixed cation exchange solid phase extraction column and blown-dry by nitrogen. Then it was dissolved by 50% acetonitrile and separated on a reversed phase using 0.1% formic acid -10 mmol/L ammonium formate solution (A) and acetonitrile solution (B) as mobile phase for gradient elution program. The quantitative and qualitative ions of chrysoidine G were monitored by mass spectrometry with multiple reaction monitoring mode. **Results** Chrysoidine G had a good linear relationship in the linear range of 0.1 to 10.0 ng/mL, the correlation coefficient was greater than 0.999. The recoveries were ranged from 86.2% to 106.2% for the chrysoidine G with 3 spiked levels of 4.0, 8.0 and 40.0 $\mu\text{g/kg}$. The relative standard deviations were no more than 3.6% ($n=6$), and the limits of quantitation for chrysoidine G was 4.0 $\mu\text{g/kg}$. **Conclusion** The proposed method is accurate and sensitive, which is suitable for detecting chrysoidine G in soy products.

KEY WORDS: chrysoidine G; soy products; cation exchange solid phase extraction column; ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

*通信作者: 蔡伟谊, 高级工程师, 主要研究方向为食品添加剂检验检测。E-mail: 260983950@qq.com

*Corresponding author: CAI Wei-Yi, Senior Engineer, No.53, Jiejin 2nd Road, Shiqiao Street, Panyu District, Guangzhou 511400, China. E-mail: 260983950@qq.com

0 引言

碱性橙 2, 俗称王金黄, 是一种偶氮类碱性工业染料, 主要用于纺织品、皮革制品和木制品的染色。碱性橙 2 的芳香结构使其难以被降解, 且具有致癌性、诱变性和蓄积作用^[1], 被卫生部于 2008 年列入《食品中可能违法添加的非食用物质名单(第一批)》中, 禁止在食品中使用^[2]。由于碱性橙 2 易于在豆制品上染色且不易褪色, 一些不法商贩用碱性橙 2 对豆腐、豆干、腐竹等豆制品进行染色, 以次充好、以假乱真, 欺骗消费者^[3-6]。因此, 建立豆制品中碱性橙 2 的快速检测方法对于控制其在豆制品中滥用和保护消费者身体健康有重要意义。

目前, 针对碱性橙 2 的检测方法主要包括表面增强-拉曼光谱法^[7-8]、酶联免疫法^[9]、液相色谱法^[10-12]、液相色谱-质谱联用法^[13-16]。拉曼光谱法具有检测时间短, 前处理简单, 能实时实地检测等优点, 比较适用于现场快速检测; 酶联免疫法操作简便快速, 特异性强, 灵敏度高, 检测成本低, 但试剂寿命短且制备高质量特异性强的抗体比较困难; 液相色谱法的优势是高效、稳定和应用广泛, 但其仪器灵敏度较液相色谱-质谱联用法低, 且抗干扰能力较弱; 液相色谱-质谱联用法具有分析范围广、灵敏度高、分离能力强等优点, 特别是超高效液相色谱-串联质谱法, 具有专属性强、选择性好, 灵敏度高和检测时间短等优点, 能显著提高目标物确证的准确度和灵敏度, 避免假阳性的结果。但是, 液相色谱-质谱联用法容易受到样品基质效应的影响, 因此样品前处理方法是检测中至关重要的部分。现行标准 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》取样量大, 操作复杂, 流程长, 检测效率低, 难以适用于实际检测中; 当前文献报道的碱性染料检测提取试剂常为甲醇^[17-18]、乙醇^[19]、乙腈^[20]等有机溶剂或者加入一定的比例酸和水^[21]组合而成的复合溶剂, 提取方法也多集中在涡旋、超声等方式, 而混合阳离子交换固相萃取柱净化的前处理方式鲜有报道^[22]。因此, 本研究建立乙腈-乙酸铵-水提取, 混合阳离子交换固相萃取柱-超高效液相色谱-串联质谱法测定豆制品中的碱性橙 2, 通过对实验的质谱条件、流动相、净化柱等参数进行优化, 建立适用于豆制品中碱性橙 2 的检测方法, 为豆制品中的禁用色素碱性橙 2 检测提供有力的技术补充。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

Waters Xevo TQ-S 超高效液相色谱-串联质谱仪(美国 Waters 公司); SQP 系列电子天平(德国赛多利斯贸易有限公司); Milli-Q[®] Reference 超纯水机系统(法国 Millipore 公司); MS3 型涡旋混合器[艾卡(广州)仪器设备

有限公司]; Allegra X-30R 高速离心机[贝克曼库尔特商贸(中国)有限公司]; 2600TH 超声波清洗器(上海安谱实验科技股份有限公司); Turbopap LV 多样品自动浓缩仪[拜泰齐贸易(上海)有限公司]。

碱性橙 2 标准品(纯度≥99.7%, 上海安谱实验科技股份有限公司); 乙腈、甲醇、甲酸(色谱纯, 美国 Fisher 公司); 甲酸铵、乙酸铵、醋酸(分析纯, 中国医药集团有限公司); MCX 混合阳离子固相萃取柱)、Oasis PRiME HLB 净化小柱(6 mL, 150 mg, 美国 Waters 公司); C₁₈ 固相萃取柱(3 mL, 60 mg, 上海安谱实验科技股份有限公司); 0.22 μm 水系滤膜(天津津滕公司); 实验室用水为 Milli-Q 超纯水。

1.2 实验方法

1.2.1 溶液配制

碱性橙 2 标准溶液配制: 准确称取 2.5 mg 碱性橙 2 标准品到 50 mL 的容量瓶中, 用乙腈配成质量浓度为 50 mg/L 标准贮备液, -20 °C 保存。吸取 20 μL 碱性橙 2 储备液, 置 10 mL 棕色容量瓶中, 用乙腈稀释成浓度为 100 ng/mL 工作液。分别吸取 10、20、50、100、200、500、1000 μL 的碱性橙 2 (100 ng/mL) 至 10 mL 容量瓶中, 再用乙腈-水(50:50, V:V)定容, 稀释成质量浓度为 0.1、0.2、0.5、1.0、2.0、5.0、10.0 ng/mL 的标准工作液。

0.4%乙酸-20 mmol/L 乙酸铵溶液: 精确称取乙酸铵 0.77 g, 移取冰乙酸 2 mL, 用水溶解并定容至 500 mL。

0.1%甲酸-10 mmol/L 甲酸铵溶液: 精确称取甲酸铵 0.32 g, 移取甲酸 0.5 mL, 用水溶解并定容至 500 mL。

0.1%乙酸乙腈溶液: 取 0.1 mL 乙酸于 100 mL 容量瓶中, 用乙腈定容至 100 mL。

5%氨水-乙腈: 取 5.0 mL 氨水于 100 mL 容量瓶中, 用乙腈定容至 100 mL。

1.2.2 样品前处理

(1) 提取

称取 1.0 g 均质后的样品, 加入 10 mL 0.4%乙酸-20 mmol/L 乙酸铵水溶液于 50 mL 的离心管中, 混匀, 加入 10 mL 乙腈, 涡旋振荡 2 min, 超声提取 30 min, 6000 r/min 离心 5 min, 取 10 mL 上清液加入 200 μL 甲酸酸化备用。

(2) 净化

MCX 固相萃取小柱先用 3 mL 甲醇, 3 mL 水活化。取上清液 10 mL 过柱, 用 3 mL 水和 3 mL 甲醇淋洗, 彻底抽干, 用 3.0 mL 5%氨水-乙腈洗脱溶液 3 mL 洗脱, 收集洗脱液, 氮吹(40 °C)至干, 用 2.0 mL 的 50%乙腈水溶液溶解, 过 0.22 μm 滤膜。

1.2.3 液相色谱-串联质谱条件

(1) 液相色谱条件

Waters BEH C₁₈ 柱(100 mm×2.1 mm, 1.7 μm); 流动相: A 相: 0.1%甲酸-10 mmol/L 甲酸铵溶液, B 相: 乙腈; 柱温: 40 °C;

进样量: 5 μ L; 梯度洗脱程序: 0 min, 10% B; 1.0~5.0 min, 10%~60% B; 5.0~5.1 min, 60%~90% B; 7.0~7.1 min, 90%~10% B; 9.0 min, 10% B。

(2)质谱条件

质谱条件: 电离方式: 电喷雾正离子模式 (electrospray ion, ESI⁺), 离子源接口电压: 3.5 kV, 离子源温度: 150 $^{\circ}$ C; 质谱扫描方式: 多反应监测模式 (multiple reaction monitoring, MRM); 加热气温度: 600 $^{\circ}$ C; 脱溶剂气: 1000 L/H。

2 结果与分析

2.1 质谱与色谱条件优化

2.1.1 质谱条件优化

将碱性橙 2 标准溶液配制成 100 ng/mL 浓度的标准溶液, 不接色谱柱, 使用两通连接液相色谱与质谱, 首先在正离子模式下进行全扫描, 确定化合物的母离子, 然后给予母离子一定的碰撞能量和碰撞气体, 全扫描二级离子, 选取丰度较强、干扰较小的 2 个子离子分别作为定性及定量离子, 并优化母离子锥孔电压和碰撞电压, 碱性橙 2 质谱参数优化结果见表 1。

表 1 碱性橙 2 的质谱参数

Table 1 Chromatogram parameters of chrysoidine G

化合物	母离子 (<i>m/z</i>)	子离子 (<i>m/z</i>)	驻留时间 /ms	碰撞电压 /V	锥孔电压 /V
碱性橙 2	213.1	77.1*	15	20	35
	213.1	121.0	15	20	35

注: *为定量离子。

2.1.2 流动相条件优化

实验比较了目标物在乙腈和甲醇中的色谱行为, 结果发现乙腈作为有机相时, 碱性橙 2 的响应值比甲醇强, 且乙腈的洗脱能强、粘度小, 能带来更高的柱效。因此, 实验选择乙腈为有机相。实验考察了含不同体积分数(0.10%、0.20%)甲酸和不同浓度的甲酸铵 (5、10 mmol/L)水溶液。结果发现乙腈-0.1%甲酸-10 mmol/L 甲酸铵作为流动相时效果比较好, 响应值最高及灵敏度均较好。推断原因可能是 0.10%甲酸浓度可以增强碱性目标物的电离, 离子化效率最高; 加入 10 mmol/L 的甲酸铵, 可以改善目标物的峰形。因此, 本实验选择乙腈-0.1%甲酸+10 mmol/L 甲酸铵为流动相, 碱性橙 2 色谱图见图 1。

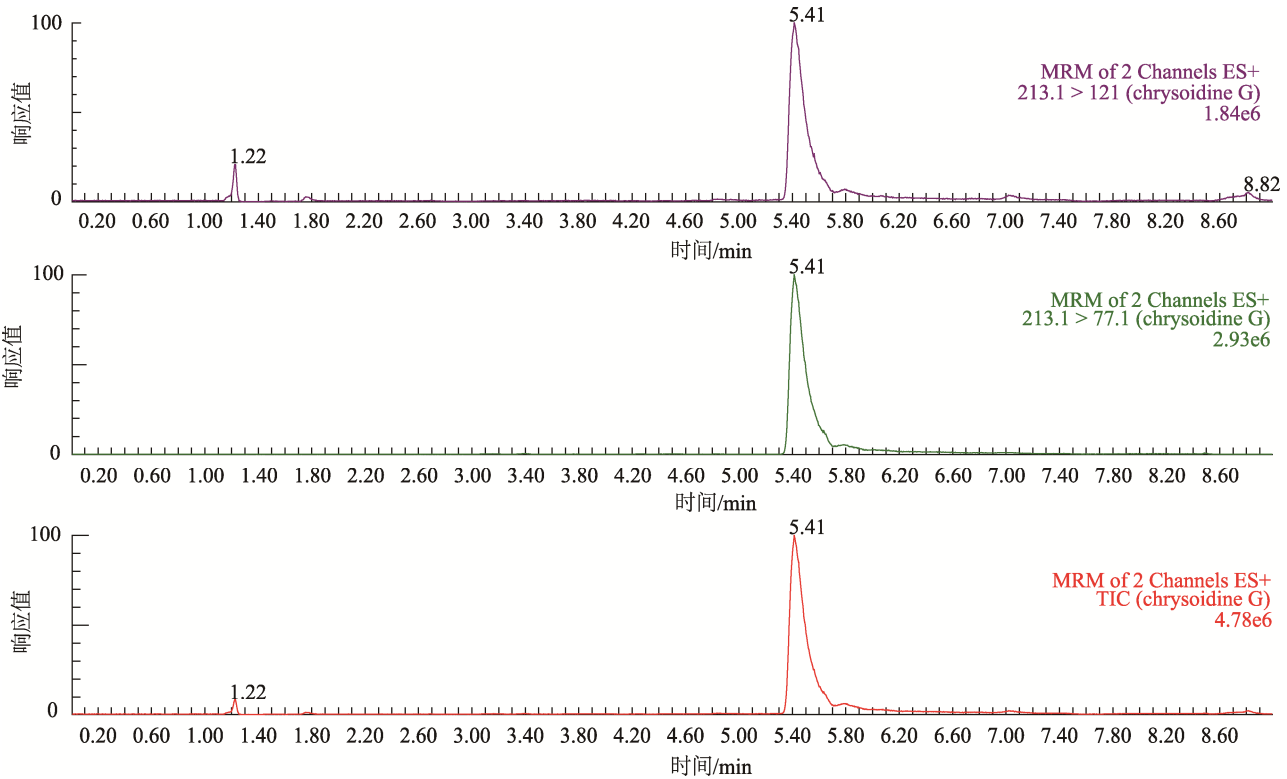


图 1 碱性橙 2 标准溶液色谱图

Fig.1 Chromatogram of chrysoidine G standard solution

2.2 前处理条件优化

2.2.1 样品提取液的优化

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^[23]。本研究考察了乙腈、0.1%乙酸乙腈、0.4%乙酸-20 mmol/L 乙酸铵+乙腈(1:1, V:V) 3 种不同提取溶剂对豆制品中的碱性橙 2 提取效果的影响。乙腈可以沉淀食品中的蛋白质和脂肪^[24], 对含有亲脂性化合物的食品基质中的碱性染料有良好的提取效果; 对于含水量比较低的样品, 加入一定比例的水能增加提取溶剂对样品的渗透性, 提高目标物的萃取效率; pH 影响了碱性橙 2 的解离程度, 提取溶液中加入乙酸调节了样品的 pH, 酸性条件有利于碱性橙 2 的解离, 而乙酸铵可与碱性橙 2 形成离子对, 有利于乙腈提取, 使样品提取更充分。实验发现用 0.4%乙酸-20 mmol/L 乙酸铵+乙腈(1:1, V:V)提取时回收率最好, 结果见图 2。故选择 0.4%乙酸-20 mmol/L 乙酸铵+乙腈(1:1, V:V)作为提取溶剂。

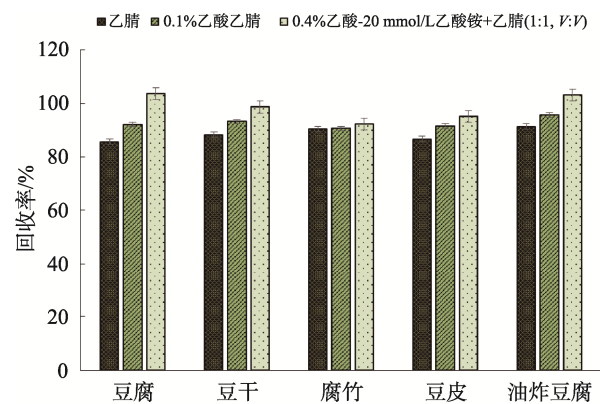


图 2 不同提取剂对碱性橙 2 的回收率结果(n=6)
Fig.2 Recoveries rate of chrysoidine G by different extractants (n=6)

2.2.2 固相萃取柱的优化

实验比较了 C₁₈ 固相萃取小柱、Oasis PRiME HLB 固相萃取小柱、Oasis MCX 固相萃取小柱的净化效果。不同固相萃取柱对碱性橙 2 的回收率及相对标准偏差

(relative standard deviation, RSD)见表 2。结果表明, 3 种固相萃取柱均能达到净化样品的效果, 但使用 Oasis MCX 固相萃取小柱时间平均回收率最高, 为 98.4%, 且 Oasis MCX 固相萃取小柱对碱性化合物有较好的选择性, 有离子交换和反相作用双重保留模式, 在豆制品中基质效应最小, 且精密度较好, 故实验选择 Oasis MCX 固相萃取小柱为作为净化条件。

2.2.3 洗脱液的优化

活化后的 Oasis MCX 小柱是带负电的, 碱性橙 2 上样时带正电, 利用离子电荷作用将目标物固定在 SPE 小柱上, 利用洗脱溶剂的氢离子中和吸附剂的磺酸基, 碱性橙 2 就被有机溶剂洗脱下来了。实验分别以 3.0 mL 2%、5%、10%的氨水-乙腈溶液洗脱 Oasis MCX 固相萃取小柱, 收集洗脱液, 40 °C氮吹至干, 2.0 mL 50%乙腈复溶并测定, 使用 5%的氨水-乙腈作为洗脱液时, 碱性橙 2 的回收率最高。推测原因是 2%的氨水-乙腈洗脱能力不足, 无法完全把目标物洗脱下来; 而 10%的氨水-乙腈则会把填料吸附的干扰物质洗脱下来, 故选择使用 5%的氨水-乙腈作为实验的洗脱液。

实验还考察了 5%的氨水-乙腈洗脱溶剂中碱性橙 2 的回收率, 测定每 1 mL 洗脱液中碱性橙 2 的回收率, 结果发现, 使用第 1 mL 洗脱液测得回收率 99.2%, 第 2 mL 测得回收率为 0.1%, 第 3 mL 跟第 4 mL 洗脱液都没有检出碱性橙 2, 为保证完全把目标物洗脱下来, 洗脱溶剂用量定为 3 mL。

2.3 方法的线性范围及检出限

用 50%乙腈配制碱性橙 2 标准溶液, 以目标化合物定量离子的质量浓度进行线性回归, 以阴性豆制品为基质, 加入标准溶液, 以 3 倍和 10 倍信噪比对碱性橙 2 进行检出限和定量限的考察。碱性橙 2 在 0.1~10.0 ng/mL 浓度范围内线性关系良好, 线性方程为 Y=62955.5X+50.2378 相关系数 r²>0.999。检出限和定量限分别为 1.5 μg/kg 和 4.0 μg/kg, 说明该方法灵敏度较高, 能满足现行检测需求。

表 2 不同固相萃取柱对碱性橙 2 的回收率及精密度(%, n=6)
Table 2 Recoveries rates and precision of chrysoidine G by different solid phase extraction column (%, n=6)

样品	C ₁₈ 固相萃取小柱回收率	RSD	Oasis PRiME HLB 固相萃取小柱回收率	RSD	Oasis MCX 固相萃取小柱回收率	RSD
豆腐	85.3	2.2	90.6	2.2	104.5	1.7
豆干	80.5	1.3	89.6	2.5	102.3	2.3
腐竹	81.6	2.3	88.2	1.9	93.2	2.0
豆皮	82.3	1.6	92.2	2.6	96.4	2.2
油炸豆腐	85.6	2.2	90.1	2.3	95.5	1.8

2.4 回收率及精密度实验

分别添加定量限、2 倍定量限、10 倍定量限 3 个添加水平的碱性橙 2 标准溶液于阴性豆腐、豆干、腐竹、豆皮、油炸豆腐样品中, 进行加标回收率实验, 平行测定 6 次, 计算平均回收率与 RSD, 结果见表 3。碱性橙 2 的平均回收率为 86.2%~106.2%, 相对标准偏差为 1.2%~3.6%, 表明方法回收率和准确性均较好。

表 3 碱性橙 2 的回收率及相对标准偏差(n=6)
Table 3 Recoveries and relative standard deviations of chrysoidine G in soy products (n=6)

样品	本底值/(μg/kg)	加标浓度/(μg/kg)	平均回收率/%	RSD/%
豆腐	0	4.0	95.2	1.2
	0	8.0	93.6	2.8
	0	40.0	106.2	3.6
豆干	0	4.0	98.7	2.2
	0	8.0	90.6	2.6
	0	40.0	101.2	1.9

表 3(续)

样品	本底值/(μg/kg)	加标浓度/(μg/kg)	平均回收率/%	RSD/%
腐竹	0	4.0	86.2	2.6
	0	8.0	95.6	3.2
	0	40.0	98.9	3.1
豆皮	0	4.0	90.8	2.0
	0	8.0	96.6	2.9
	0	40.0	95.3	2.4
油炸豆腐	0	4.0	86.8	3.0
	0	8.0	91.1	2.5
	0	40.0	93.5	2.2

2.5 实际样品测定

应用所建立的方法对市场上流通的 25 份豆制品进行检测, 均未检出碱性橙 2。为验证方法有效性, 采用样品加标的方式进行测定, 各类样品加标浓度均为 8.0 μg/kg, 其中阴性样品图谱和加标样品图谱见图 3, 实际样品加标回收率见表 4。

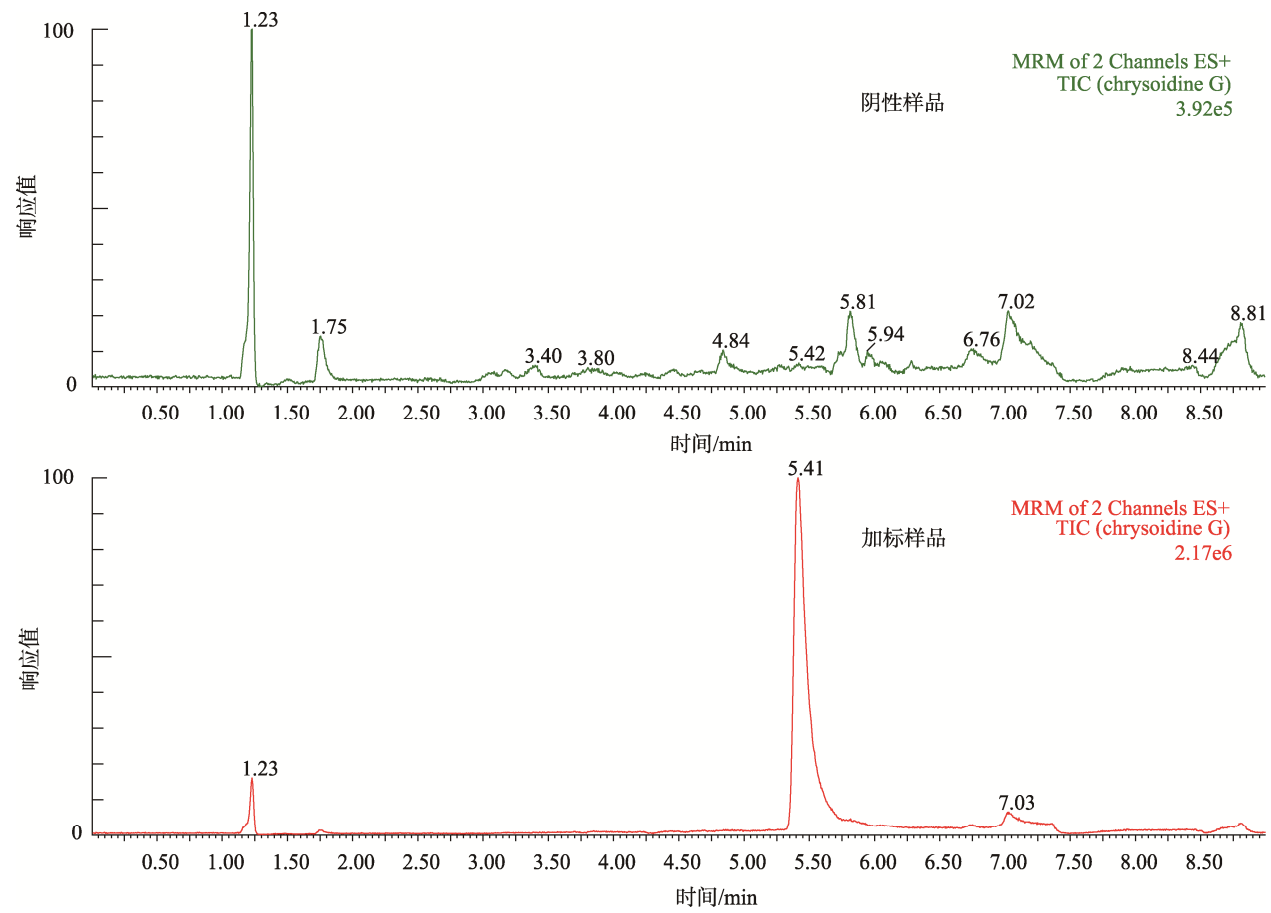


图 3 空白样品及加标样品的色谱图
Fig.3 Chromatograms of blank sample and spiked sample

表 4 豆制品样品中碱性橙 2 的回收率
Table 4 Recoveries of Chrysoidine G in soy product samples

样品	本底值 /(μg/kg)	加标浓度 /(μg/kg)	实测浓度 /(μg/kg)	回收率 /%
豆腐	0	8.0	8.132	101.7
豆干	0	8.0	8.351	104.4
腐竹	0	8.0	8.197	102.5
豆皮	0	8.0	7.975	99.7
油炸豆腐	0	8.0	7.851	98.1

3 结 论

本研究建立了豆制品中碱性橙 2 的固相萃取-液相色谱/质谱分析方法。样品经 0.4%乙酸-20 mmol/L 乙酸铵+乙腈(1:1, V:V)溶液超声提取后, 离心, 使用 Oasis MCX 固相萃取小柱净化后氮吹、50%乙腈水复溶, Waters BEH C₁₈ 柱分离, 以乙腈-0.1%甲酸-10 mmol/L 甲酸铵溶液为流动相, 采用多反应模式检测, 可以准确对豆制品中的碱性橙 2 定性定量。本方法准确可靠, 检出限、精密度及回收率均能满足豆制品基质中碱性橙 2 的检测需求, 为豆制品质量安全监管提供了技术补充。但本方法只是对豆制品中碱性橙 2 的检测分析, 溶剂消耗大, 适用范围窄, 而在现实生活中, 食品中非法添加工业染料色素时有发生, 环境中工业染料对食品的交叉污染也难以避免, 非法添加色素的种类与食品的基质的种类同样繁多且性质各异, 给非法添加的色素检测分析带来困难和挑战, 故建议开发高效、经济环保、适用范围广的分离富集材料和开发违法添加色素的高通量筛查和快速检测方法作为下一步的研究方向, 为市场监管提供有力的技术支持。

参考文献

[1] 王宏伟, 刘素丽, 赵梅, 等. 食品中非法添加工业染料危害的研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(1): 1-7
WANG HW, LIU SL, ZHAO M, *et al.* Research progress on the harm of illegal addition of industrial dyes in food [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(1): 1-7.

[2] 佚名. 食品中可能违法添加的非食用物质和已滥用的食品添加剂名单(第 1~5 批汇总)[J]. 现代畜牧兽医, 2011, (5): 78-79.
Anonymous. List of non-edible substances that may be illegally added to food and food additives that have been abused (summary of batches 1-5) [J]. Mod J Anim Husb Veter Med, 2011, (5): 78-79.

[3] 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.

[4] 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, 11(6): 259-261, 271.

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, 11(6): 259-261, 271.

[5] 孙记涛, 阮长青, 刘文静, 等. HPLC 波长程序法同时检测非发酵豆制品中碱性橙和碱性嫩黄 O 的含量[J]. 食品工业科技, 2016, 37(14): 73-77.
SUN JT, RUAN CQ, LIU WJ, *et al.* Simultaneous detection of basic oranges dyes and basic flavine O dye contents in non-fermented soybean products by HPLC wavelength program method [J]. Sci Technol Food Indu, 2016, 37(14): 73-77.

[6] 金钊, 崔进, 梅连瑞, 等. HPLC 同时测定豆制品中 3 种碱性橙染料[J]. 食品研究与开发, 2016, 37(3): 139-142.
JIN Y, CUI J, MEI LR, *et al.* HPLC determination of 3 basic orange dyes in bean products [J]. Food Res Dev, 2016, 37(3): 139-142.

[7] 姜川, 陈卫平, 何若铭, 等. 纳米增强激光拉曼光谱法同时测定腐竹中的碱性嫩黄 O 和碱性橙 II 染料[J]. 丽水学院学报, 2016, 38(5): 33-36.
JIANG C, CHEN WP, HE RM, *et al.* The simultaneous determination of auramine O and alkaline orange II in dried beancurd sticks: A nano-enhanced laser Raman spectroscopy method [J]. J Lishui Univ, 2016, 38(5): 33-36.

[8] 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, 38(8): 2419-2424.
FU YP, QI Y, HU XP, *et al.* Study on the simultaneous detection of the illegal addition of alkaline orange II and acid orange II in food by TLC SERS [J]. Spectrosc Spec Anal, 2018, 38(8): 2419-2424.

[9] 贡东军, 赵志磊, 王庭欣, 等. 碱性橙 II 的酶联免疫检测方法的研究[J]. 食品研究与开发, 2013, 34(10): 80-82.
GONG DJ, ZHAO ZL, WANG TX, *et al.* Study on the ELISA determination of chrysoidin II [J]. Food Res Dev, 2013, 34(10): 80-82.

[10] SHA O, LIU H, YE M, *et al.* Solvent-free mechanochemical preparation of graphene oxide-Fe₃O₄ and its application in magnetic dispersive solid-phase extraction of illegal dyes in food samples [J]. J Sep Sci, 2021, DOI: 10.1002/jssc.202001084

[11] 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, 43(6): 165-167.
YANG YY, XU QL, LI S. Determination of basic orange 2, 21, 22 and acid orange II content in chili powder by high performance liquid chromatography [J]. Chin Cond, 2018, 43(6): 165-167.

[12] 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 basic orange dyes in chafing dish by HPLC [J]. Guangxi J Light Ind, 2018, 34(2): 99-100.

[13] LI H, SUN N, ZHANG J, *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.

[14] ZHANG BL, GAO LH, XIE YS, *et al.* Rapid screening the alkaloids of poppy shell in hot pot condiment, beef noodle soup and seasoning by direct analysis in real time-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2017, 22(3): 724-729.

[15] 史新宇, 梅英杰, 黄锦燕, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时检测火锅底料中罗丹明 B、碱性橙 2、酸性橙 2 和碱性嫩黄 O[J]. 当代化工

- 研究, 2020, (14): 28–30.
- SHI XY, MEI YJ, HUANG JY, *et al.* Determination of rhodamine B, chrysoidine, acid orange 2, auramine O in chafing dish by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Mod Chem Res*, 2020, (14): 28–30.
- [16] 李首道, 陈烨超, 杨永, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定腐竹中酸性橙II和碱性橙[J]. *食品与发酵科技*, 2019, 55(3): 106–110.
- LI SD, CHEN YC, YANG Y, *et al.* Determination of acid orange II and basic orange 2 in dried beancurd sticks by UPLC-MS/MS [J]. *Food Ferment Sci Technol*, 2019, 55(3): 106–110.
- [17] 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.
- [18] 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.
- [19] 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.
- [20] 陈琨, 廖艳华, 周劲恒, 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.
- [21] 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 orangelland basic orange 2 in chili powder and bean products by reversed micellar electro kinetic chromatography [J]. *Anal Instrum*, 2019, 222(1): 23–29.
- [22] 严雨晴, 汪银娜, 陈梦婷, 等. 食品中碱性橙类染料分析的前处理技术研究进展[J]. *食品安全质量检测学报*, 2020, 11(23): 8746–8752.
- YAN YQ, WANG YN, CHEN MT, *et al.* Research progress of pretreatment technology for analysis of basic orange dyes in food [J]. *J Food Saf Qual*, 2020, 11(23): 8746–8752.
- [23] 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. Determination of illegal additives acid orange and basic orange in food by LC-MS [D]. Tianjin: Tianjin University of Science & Technology, 2013.
- [24] 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.

(责任编辑: 韩晓红 于梦娇)

作者简介



陈悦铭, 工程师, 主要研究方向为食品添加剂和非法添加物检验检测。
E-mail: 543850174@qq.com



蔡伟谊, 高级工程师, 主要研究方向为食品添加剂检验检测。
E-mail: 260983950@qq.com