

全自动固相萃取-高效液相色谱法检测胶基糖果中合成色素及铝色淀

朱海佩¹, 李志梅¹, 周彬博¹, 王晓园¹, 陈鑫兰², 隋玉杰^{1*}

(1. 温州市食品药品检验科学研究院, 温州 325000; 2. 温州市质量技术检测科学研究院, 温州 325000)

摘 要: **目的** 应用聚酰胺(polyamide, PA)净化技术建立胶基糖果中 10 种人工合成色素及其中 8 种铝色淀的全自动固相萃取-高效液相色谱法(high performance liquid chromatography, HPLC)。**方法** 样品经提取溶剂乙醇-2%氨水-水(4:2:4, V:V:V)超声提取, 离心, 经正己烷除脂, 除去乙醇和氨后, 以 PA 固相萃取小柱净化, 经 Agilent Eclipse XDB-C₁₈ 色谱柱分离, 以甲醇-0.02 mol/L 乙酸铵溶液为流动相进行梯度洗脱, 二极管阵列检测器, 外标法定量。**结果** 在 0.2~10.0 $\mu\text{g/mL}$ 质量浓度范围内各组线性关系良好, 相关系数 r^2 大于 0.9999。游离色素平均回收率为 85.1%~102.6%, 铝色淀平均回收率为 78.9%~101.3%, 相对标准偏差为 0.8%~5.9%。检出限除亮蓝为 0.2 mg/kg, 其余均为 0.5 mg/kg。**结论** 该方法有简单便捷、重复性好、准确度和灵敏度较高等特点, 适用于胶基糖果中合成色素及其铝色淀的测定。

关键词: 胶基糖果; 合成色素; 铝色淀; 高效液相色谱法; 全自动固相萃取

Determination of synthetic pigments and aluminum-colored lakes in colloidal confectionery by fully automatic solid phase extraction-liquid chromatography

ZHU Hai-Pei¹, LI Zhi-Mei¹, ZHOU Bin-Bo¹, WANG Xiao-Yuan¹, CHEN Xin-Lan², SUI Yu-Jie^{1*}

(1. Wenzhou Institute for Food and Drug Control, Wenzhou 325000, China; 2. Wenzhou Institute of Quality Technology and Testing Science, Wenzhou 325000, China)

ABSTRACT: Objective To establish an fully automatic solid phase extraction-high performance liquid chromatography (HPLC) method for the determination of 10 kinds of synthetic pigments and 8 kinds of aluminum-colored lakes in colloidal confectionery using polyamide (PA) purification technology. **Methods** The samples were extracted by ultrasonic solvent ethanol-2% ammonia-water (4:2:4, V:V:V), after centrifugation and lipid removal with hexane, removing ethanol and ammonia, purified by PA solidphase extraction column, separated by Agilent Eclipse XDB-C₁₈ column, eluted with a gradient of methanol-0.02 mol/L ammonium acetate solution as the mobile phase, then detected by diode array detector, and quantitated by external standard method. **Results** The linear relationship of each component was good in the range of 0.2–10.0 $\mu\text{g/mL}$, the correlation coefficients were greater than 0.9999. The average recoveries of free pigments and aluminum-colored lakes were 85.1%–102.6%,

基金项目: 温州市科技局基础性农业科技项目(N20210017)、温州市基础性农业科技项目(N20210002)

Fund: Supported by the Basic Agricultural Science and Technology Project of Wenzhou Science and Technology Bureau (N20210017), and the Wenzhou Basic Agricultural Science and Technology Project (N20210002)

***通信作者:** 隋玉杰, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为食品质量安全检测。E-mail: 34982163@qq.com

***Corresponding author:** SUI Yu-Jie, Master, Senior Engineer, Wenzhou Institute for Food and Drug Control, Wenzhou 325000, China. E-mail: 34982163@qq.com

78.9%–101.3%, respectively. The relative standard deviations were 0.8%–5.9%. The limits of detection were 0.5 mg/kg except for bright blue, which was 0.2 mg/kg. **Conclusion** The method has the advantages of simple, convenient, good repeatability, high accuracy and sensitivity, and is suitable for the determination of synthetic colorants and aluminum-colored lakes in colloidal confectionery.

KEY WORDS: colloidal confectionery; synthetic pigments; aluminum-colored lakes; high performance liquid chromatography; fully automatic solid phase extraction

0 引言

胶基糖是一种以树脂为胶基、添加糖或甜味剂、着色剂和香料等的糖果^[1-2]。当前,各种颜色和口味的胶基糖果充斥市场,鲜艳的颜色也为青少年青睐。通常,胶基糖果中的色素以铝色淀形式添加,部分也有以本身形式添加。在我国,合成色素在胶基糖果中的应用需要严格按照 GB 2760—2014《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》的规定量执行。但目前尚没有发布适用于胶基糖果中色素类及铝色淀检测的国家标准方法。胶基以天然或合成橡胶、树脂、蜡类、乳化剂、软化剂、氢化植物油等经配合制成^[1-2],其配料复杂,与铝色淀一样难溶于水和乙醇等一般试剂^[3-8],增加了胶基糖中色素和铝色淀有效提取净化的难度。

而聚酰胺(polyamide, PA)固相萃取小柱采用特殊优化过的聚酰胺填料,对合成色素吸附能力强,且其脱色效果好、回收率高。以往合成色素^[9-11]检测多集中于酒类^[12-13]、肉类高脂食品^[14-15]、巧克力糖果制品^[16-17]、饮料^[18-19]等基质样品,针对胶基糖基质样品中色素及铝色淀的研究文献较少^[3-4,20-21],房英杰等^[3]检测口香糖中 6 种色淀类色素,赵梅等^[4]同时测定果冻、口香糖和明胶囊壳中 11 种合成着色剂及其 8 种铝色淀,均未采用 PA 固相萃取净化技术。但 PA 固相萃取对色素化合物有良好的富集净化效果^[20,22-24],如 GB 5009.35—2016《食品安全国家标准 食品中合成着色剂的测定》用聚酰胺粉吸附提取饮料、配制酒、硬糖、蜜饯、淀粉软糖、巧克力豆及着色糖衣制品中 6 种水溶性色素,叶帆等^[22]利用聚酰胺吸附-高效液相色谱法测定蜜饯中的 7 种水溶性偶氮着色剂等研究均证实聚酰胺对复杂样品中色素净化效果显著。故可将胶基糖基质样品进行一定的提取处理后应用聚酰胺萃取技术净化。

为规范市场上胶基糖果中色素的使用,补充合成色素检测体系,解决胶基糖铝色淀检测技术难点,本研究拟建立一种可行的提取方法,采用 PA 柱净化,并以全自动固相萃取-高效液相色谱法检测胶基糖果中赤藓红、靛蓝、亮蓝、胭脂红、苋菜红、日落黄、柠檬黄、新红、诱惑红、酸性红共计 10 种合成色素及其中 8 种铝色淀,以期为我国糖果市场增加市场监管技术储备,也为食品安全风险评估提供技术支持。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

胶基糖果(口香糖和泡泡糖)购买于市场。

赤藓红、新红、靛蓝、诱惑红、酸性红、苋菜红(纯度 98.50%)、亮蓝(纯度 86.10%)、柠檬黄(纯度 99.8%)、日落黄(纯度 99.9%)、胭脂红(1000 µg/mL)(坛墨质检科技股份有限公司);苋菜红铝色淀(浓度 22%~27%)、赤藓红铝色淀(浓度 34%~42%)、诱惑红铝色淀(浓度 34%~42%)、柠檬黄铝色淀(浓度 32%~42%)、日落黄铝色淀(浓度 32%~42%)、胭脂红铝色淀(浓度 32%~40%)、亮蓝铝色淀(浓度 32%~42%)、靛蓝铝色淀(浓度 34%~40%)[柔亚(上海)食品添加剂贸易有限公司];甲醇[色谱纯,斯百全化学(上海)有限公司];乙酸铵[色谱级,阿拉丁试剂(上海)有限公司];正己烷、乙二胺四乙酸二钠盐(ethylenediamine tetraacetic acid disodium salt, EDTA- Na_2)、氨水、氢氧化钠、硫酸、无水乙醇、柠檬酸(分析纯,国药集团化学试剂有限公司)。

PA 固相萃取小柱(500 mg/6 mL,天津锦上实验设备有限公司);PWAX 固相萃取小柱(500 mg/6 mL,天津博纳艾杰尔科技有限公司);0.45 µm PTFE 滤膜(上海安谱实验科技股份有限公司)。

1.2 仪器与设备

LC-20AD 液相色谱仪(带二极管阵列和示差检测器,日本岛津公司);GX-274 ASPEC 全自动固相萃取仪(美国 GILSON 公司);KQ-400DB 超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司);Milli-Q IQ 7000 超纯水仪(美国 Millipore 公司);MS3 B S025 漩涡混合器(德国 IKA 公司);CF16RN 离心机(日本 Hitachi 公司);EFAA-DC24-RT 氮吹仪(上海安谱实验科技股份有限公司);BSA822 电子天平(感量 0.01 g,德国赛多利斯公司);XSR205DU 电子天平[感量 0.01 mg,梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司];JYL-C012 榨汁搅拌机(九阳股份有限公司)。

1.3 实验方法

1.3.1 标准溶液配制

先将各色素标准物质分别用超纯水配制为质量浓度为 1000 µg/mL 的标准储备液,再将各储备液制成色素混合标准中间液,并于 4℃ 储存。临用时配制不同质量浓度的标准工作液。

将 8 种铝色淀分别用选定的提取溶剂超声提取并制成 400 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备液。将该储备液离心,取定量上清液用 20%柠檬酸溶液或氨水-水(1:2, V:V)溶液调 pH 7~8,再用超纯水制成 20 $\mu\text{g/mL}$ 的混合作液,于 4 $^{\circ}\text{C}$ 储存。

1.3.2 样品提取

将胶基糖样品剪小块后置于榨汁搅拌机粉碎均匀。

称取粉碎均匀样品 2.0 g 于 50 mL 离心管中,加入 0.05 g EDTA- Na_2 和 30 mL 提取剂[乙醇-2%氨水-水(4:2:4, V:V:V)],涡旋混匀 1 min 后,60 $^{\circ}\text{C}$ 超声 20 min,8000 r/min 离心 5 min,取上清液加入 15 mL 正己烷,振荡混合 2 min,静置分层,弃去正己烷层。重复加入 15 mL 正己烷,操作步骤同前,取下层液体 15 mL 于 70 $^{\circ}\text{C}$ 氮气浓缩到 7 mL 以下,用水定容到 10 mL,9000 r/min 离心 10 min 后待净化。

1.3.3 样品净化

采用全自动固相萃取仪和 PA 固相萃取小柱按程序净化样品。全自动固相萃取程序:以甲醇 30 mL,50 mL/min 流速进行通道预清洗;先后以甲醇、超纯水 5 mL,2 mL/min 流速活化;上样 5 mL,样液以 1 mL/min 流速过柱;先后以超纯水、甲醇 5 mL,1 mL/min 流速淋洗;用 2% 氨化甲醇 6 mL,以 1 mL/min 流速洗脱收集。

按照上述程序,收集洗脱液于 60 $^{\circ}\text{C}$ 氮气浓缩至近干,用 pH 9 乙酸铵溶液定容到 2 mL,过滤膜后上机待测。

1.3.4 色谱条件

色谱柱:Agilent Eclipse XDB- C_{18} 柱(250 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μm);流速:1.0 mL/min;柱温:30 $^{\circ}\text{C}$;进样量:10 μL ;流动相:A 为甲醇,B 为 0.02 mol/L 乙酸铵溶液;梯度洗脱程序:0~5 min,90%~70%B;5~12 min,70%~5%B;12~18 min,5%B;18~19 min,5%~90%B;19~25 min,90%B。

二极管阵列检测器扫描范围:190~800 nm;检测波长:428 nm(柠檬黄),510 nm(新红、苋菜红、胭脂红、日落黄、诱惑红、酸性红和赤藓红),610 nm(靛蓝、亮蓝)。

1.4 数据处理

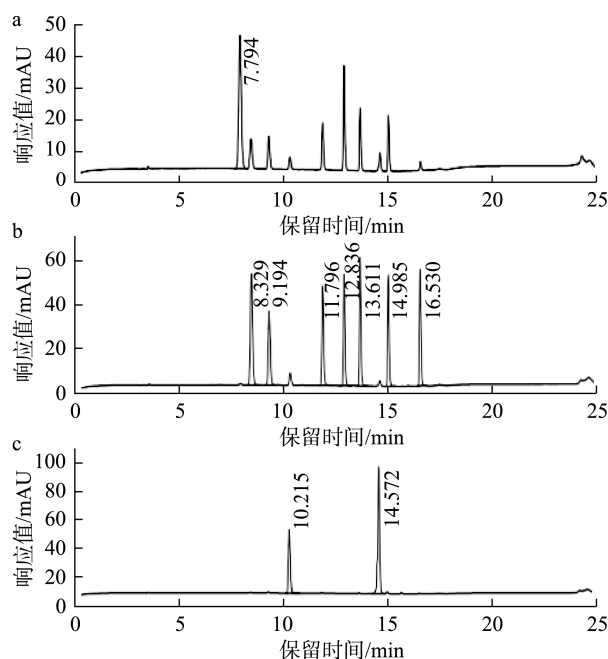
各数据按照 GB 5009.35—2016 方法计算,标准曲线与方差分析由液相色谱仪软件分析所得,数据统计、制表、绘图软件为 WPS Office 2022 办公软件。

2 结果与分析

2.1 色谱分离条件优化和检测波长的选择

Agilent XDB- C_{18} 柱柱效高、稳定性好,选择该柱对色素混合标准样品进行分离时,新红和柠檬黄分离度较差,胭脂红、日落黄和诱惑红出峰时间较为集中,赤藓红出峰较迟,且各色素的最大吸收波长均不一致。将初始甲醇流动相从 5%调高^[25-26]至 10%,不断调整、优化梯度洗脱时间和流动相比比例后,按 1.3.4 所示梯度洗脱程序能将 10 种色素基线完全分离,峰形尖锐。同时对 10 种目标物最大吸

收波长扫描,根据谱图,尽量取相近的最大吸收波长作为检测波长,方便数据的同时处理。优化后在不同检测波长下的色谱图见图 1。



注: a 为 428 nm 波长的色谱图; b 为 510 nm 波长的色谱图; c 为 610 nm 波长的色谱图; 其中 7.794 min 为柠檬黄; 8.329 min 为新红; 9.194 min 为苋菜红; 11.796 min 为胭脂红; 12.836 min 为日落黄; 13.611 min 为诱惑红; 14.985 min 为酸性红; 16.530 min 为赤藓红; 10.215 min 为靛蓝; 14.572 min 为亮蓝。

图 1 11 种合成色素色谱图

Fig.1 Chromatograms of 11 kinds of synthetic colorants

2.2 提取溶剂的选择

本研究所涉及合成色素易溶于水,但铝色淀难溶于水和有机溶剂,一般采用强酸或强碱实现铝色淀中色素的解离^[8,16-17,27-28]。本研究先选择硫酸水溶液(1:20, V:V)、0.02 mol/L NaOH、乙醇-2%氨水-水(7:2:1, V:V:V)、乙醇-氨水-水(7:2:1, V:V:V) 4 种提取溶剂,按 1.3.1 所示方法考察其对 8 种铝色淀中游离色素的解离和提取效率,检测结果见表 1。该 4 种提取溶剂的 pH 大致分别为 2、12、9、10,结果表明,赤藓红铝色淀在硫酸水溶液(1:20, V:V)溶液中难以溶解,赤藓红检测值大幅度降低,可能是由于赤藓红遇酸会有沉淀所致^[4],而靛蓝在 0.02 mol/L NaOH 溶液中未检测出,其中亮蓝含量也较低,但在乙醇-2%氨水-水(7:2:1, V:V:V)和硫酸水溶液(1:20, V:V)溶液中,靛蓝检测值显著升高,且测得的值相近。由此可见,随着提取剂 pH 降低,靛蓝趋于稳定,而 pH 升高,碱性越强,靛蓝越不稳定^[5]。综合比较,本研究选择 pH 大致为 9 的乙醇-2%氨水-水(7:2:1, V:V:V)用以 8 种铝色淀中游离色素的分离。

表 1 不同提取溶剂对铝色淀的解离和提取效果(n=3)
Table 1 Dissociation and extraction efficiency of aluminum-colored lake with different extraction solvents (n=3)

铝色淀名称	游离着色剂含量/(g/100 g)			
	硫酸水溶液(1:20, V:V)	0.02 mol/L NaOH	乙醇-2%氨水-水(7:2:1, V:V:V)	乙醇-氨水-水(7:2:1, V:V:V)
柠檬黄铝色淀	38.9	39.0	40.1	39.9
苋菜红铝色淀	31.4	35.1	33.1	32.6
靛蓝铝色淀	27.2	0	37.3	26.9
胭脂红铝色淀	45.9	44.2	46.0	45.2
日落黄铝色淀	43.2	42.3	43.4	41.6
诱惑红铝色淀	49.3	49.5	51.3	48.8
亮蓝铝色淀	39.8	30.6	40.0	46.8
赤藓红铝色淀	8.2	35.9	38.1	37.7

但是乙醇-2%氨水-水(7:2:1, V:V:V)溶液在胶基糖样品提取浓缩步骤中会析出大量难溶于水的胶质沉淀,离心后液体也不易过柱净化,进而影响目标色素的回收率。而该现象在降低乙醇比例后有所改善。研究发现,以纯水代替,使乙醇-2%氨水-水提取溶剂中乙醇比例降低至40%以下,过柱净化问题得以解决。故本研究选择乙醇-2%氨水-水(4:2:4, V:V:V)、乙醇-2%氨水-水(3:2:5, V:V:V)、乙醇-2%氨水-水(2:2:6, V:V:V)、乙醇-2%氨水-水(1:2:7, V:V:V)等作为提取溶剂考察铝色淀中游离色素的提取效果,发现以乙醇-2%氨水-水(4:2:4, V:V:V)为提取溶剂时,靛蓝和赤藓红检测值更高些,因此,本研究选择乙醇-2%氨水-水(4:2:4, V:V:V)为提取溶剂实现铝色淀中游离色素的解离。

2.3 固相萃取柱的选择

PA 聚酰胺柱和 PWAX 弱阴离子交换柱对合成色素都有特异性吸附,常用于复杂样品中目标色素化合物的富集净化^[22-23,29-30]。为减少测定干扰,本研究比较了 PA 和 PWAX 小柱对目标色素的净化和回收效果,结果如图 2。两者均具有较好的净化效果,但是胭脂红、酸性红和赤藓红在 PWAX 小柱上难以洗脱完全,回收率也相应有所降低,可能是在本研究的淋洗、洗脱条件下,对于偏中性水相样品中的胭脂红、酸性红和赤藓红等色素, PWAX 小柱的吸

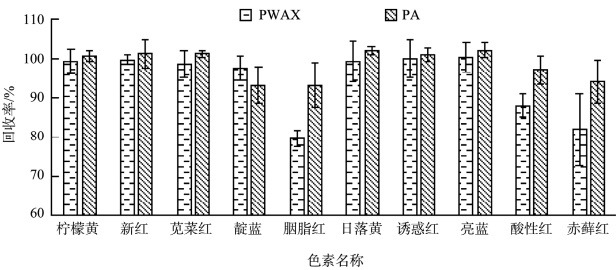


图 2 PA 与 PWAX 固相萃取柱对 10 种合成色素的回收率(n=3)
Fig.2 Recoveries of 10 kinds of synthetic pigments by PA and PWAX solid phase extraction columns (n=3)

附能力太强以致于难以洗脱。其余色素在两小柱上的回收率相差不大。综合比较, PA 柱净化效果好,回收率高,本研究选择 PA 柱作为净化柱。

2.4 标准曲线、相关系数与检出限

本研究中合成色素及铝色淀均以游离色素计。配制 0.2、0.5、1.0、2.0、5.0、10.0 μg/mL 系列混合标准工作溶液,在选定的色谱条件下进行测定,用浓度-峰面积计算各色素的线性方程,具体见表 2,相关系数 r^2 大于 0.9999,表明各色素在 0.2~10.0 μg/mL 质量浓度范围内线性关系良好。以 3 倍信噪比估算 10 种色素在胶基糖果中的检出限,除亮蓝检出限为 0.2 mg/kg,其余均为 0.5 mg/kg,可达到 GB 5009.35—2016 对色素的检出水平要求。

2.5 加标回收率和精密度

检测口香糖和泡泡糖等胶基糖果,确定其不含任一目标化合物,最终选定空白样品后,添加不同浓度标准溶液进行回收率和精密度实验。分别添加 3 个不同浓度水平的色素混合标准液和铝色淀,游离色素平均回收率为 85.1%~102.6%,铝色淀平均回收率为 78.9%~101.3%,两者相对标准偏差(relative standard deviations, RSDs)为 0.8%~5.9%,均小于 10%,具体见表 2~3。表明该法回收率、灵敏度和重现性好,适合用于分析胶基糖果中合成色素及其铝色淀的含量。

2.6 市场样品分析

用本研究所建立的方法检测市场上购买的不同品牌的口香糖和泡泡糖等胶基糖果样品 20 份,结果以游离色素计。样品标签均有标注色素或铝色淀,测得柠檬黄 2~86 mg/kg,胭脂红 15~20 mg/kg,日落黄 18~60 mg/kg,诱惑红 1~68 mg/kg,亮蓝 1~10mg/kg,均在国家标准允许范围内。色素及其铝色淀是胶基糖中普遍使用的食品添加剂,本方法可应用到实际胶基糖样品中准确检测其含量。

表 2 10 种合成色素的线性方程、平均添加回收率和 RSDs (n=6)
Table 2 Linear equations, average recoveries and RSDs of 10 kinds of synthetic pigments (n=6)

色素名称	线性方程	口香糖空白样品添加浓度					
		1.5 mg/kg		4.0 mg/kg		10.0 mg/kg	
		回收率/%	RSDs/%	回收率/%	RSDs/%	回收率/%	RSDs/%
柠檬黄	Y=43634.2X+405.893	97.9	1.0	101.4%	1.4	98.8	2.9
新红	Y=50335.1X+541.582	97.6	1.8	101.9%	3.0	98.3	2.3
苋菜红	Y=30895.0X+233.319	96.0	2.3	101.9%	2.1	101.5	1.2
靛蓝	Y=21847.2X+221.668	90.3	2.7	85.4%	2.1	88.6	1.7
胭脂红	Y=35789.7X+184.645	93.9	1.3	101.2%	1.5	92.8	2.2
日落黄	Y=35123.9X+400.320	97.9	2.0	102.6%	2.9	99.6	3.7
诱惑红	Y=39375.5X+382.414	95.5	2.5	102.6%	1.8	99.5	2.9
亮蓝	Y=83841.6X+653.084	99.1	1.8	102.3%	0.8	97.4	1.5
酸性红	Y=33425.1X+185.596	89.5	2.6	97.2%	2.2	95.5	2.1
赤藓红	Y=38272.8X-252.057	85.1	4.5	95.8%	3.6	91.9	3.5

注: 相对标准偏差(relative standard deviations, RSDs)。

表 3 8 种铝色淀的平均添加回收率和 RSDs (n=6)
Table 3 Average recoveries and RSDs of 8 kinds of aluminum-colored lakes (n=6)

铝色淀名称	口香糖空白样品添加浓度					
	0.2 mg/g		0.4 mg/g		0.8 mg/g	
	回收率/%	RSDs/%	回收率/%	RSDs/%	回收率/%	RSDs/%
柠檬黄铝色淀	99.9	2.9	100.4	1.8	97.8	3.5
苋菜红铝色淀	92.4	3.1	90.9	2.9	95.1	4.7
靛蓝铝色淀	78.9	4.5	80.2	3.1	81.4	3.4
胭脂红铝色淀	96.7	5.0	95.2	3.1	98.3	5.2
日落黄铝色淀	100.4	4.8	99.8	2.9	101.2	4.3
诱惑红铝色淀	96.1	3.5	101.3	3.8	97.8	3.9
亮蓝铝色淀	98.6	5.8	101.0	2.6	95.9	4.2
赤藓红铝色淀	86.1	4.4	80.3	3.6	85.1	5.9

3 结 论

本研究以乙醇-2%氨水-水(4:2:4, V:V:V)为提取溶剂, 能够充分提取胶基糖中游离色素及其铝色淀, 将提取液除脂及除去乙醇和氨水后再采用 PA 净化技术, 并应用全自动固相萃取仪, 节约了人工时间, 减少了人为误差, 回收率和重复性良好、准确度和灵敏度都较高, 解决了胶基糖基样品中色素和铝色淀难以有效提取净化的技术难点, 为合成色素及其铝色淀含量的测定提供了新方法, 扩充了国家标准 GB 5009.35—2016 检测适用范围, 也为市场监管部门开展食品安全抽检工作提供了技术储备。

参考文献

[1] 赵发基. 胶基糖(1)[J]. 食品工业, 2007, 28(6): 47-50.
ZHAO FJ. Gum base candy (1) [J]. Food Ind, 2007, 28(6): 47-50.

[2] 翁靖一, 卢咏来, 王润国, 等. 口香糖及其发展趋势和思考[J]. 食品工业科技, 2011, (7): 440-443.
WENG JY, LU YL, WANG RG, et al. Development trend and thinking of chewing gums [J]. Sci Technol Food Ind, 2011, (7): 440-443.

[3] 房英杰, 颜显辉, 于军强. 口香糖中多种色淀类色素的检测方法[J]. 现代食品, 2016, 18: 117-119.
FANG YJ, YAN XH, YU JQ. Detection method of multiple lake pigments in chewing gum [J]. Mod Food, 2016, 18: 117-119.

[4] 赵梅, 黄丙楠, 曹进, 等. 高效液相色谱法同时测定果冻、口香糖和明胶囊壳中 11 种合成着色剂及其 8 种铝色淀[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(1): 31-39.
ZHAO M, HUANG BN, CAO J, et al. Simultaneous determination of 11 kinds of synthetic colorants and 8 kinds of aluminum lakes in jelly, chewing gum and capsule shell by high performance liquid chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(1): 31-39.

- [5] 梁晶晶, 徐潇颖, 丁宇琦, 等. 全自动固相萃取-液相色谱法测定高脂食品中多种合成着色剂及铝色淀[J]. 食品科技, 2020, 45(8): 286–292.
LIANG JJ, XU XY, DING YQ, *et al.* Determination of various synthetic colorants and aluminum lake in high lipid food by full automatic solid phase extraction and liquid chromatography [J]. Food Sci Technol, 2020, 45(8): 286–292.
- [6] 曹帅. 食品中铝色淀检测方法的开发[D]. 天津: 天津科技大学, 2016.
CAO S. The Development of detection methods for aluminum lake in food [D]. Tianjin: Tianjin University of Science and Technology, 2016.
- [7] 孙文芳, 黄薇, 赵士权, 等. 高效液相色谱法测定食品中的铝色淀[J]. 中国卫生检验杂志, 2014, (18): 2663–2664.
SUN WF, HUANG W, ZHAO SQ, *et al.* Determination of aluminum lakes in food by high performance liquid chromatography [J]. Chin J Health Lab Technol, 2014, (18): 2663–2664.
- [8] 杨奕, 张晶, 赵珊, 等. 超高效液相色谱法同时测定包衣糖果中 5 种铝色淀[J]. 中国食品卫生杂志, 2013, 25(2): 148–151.
YANG Y, ZHANG J, ZHAO S, *et al.* Simultaneous determination of five aluminum lake dyes in coated candy by ultra performance liquid chromatography [J]. Chin J Food Hyg, 2013, 25(2): 148–151.
- [9] 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.
- [10] 廖若宇, 孙悦, 刘新保, 等. 食品中合成着色剂的提取方式及测定方法研究进展[J]. 食品工业科技, 2020, 41(20): 342–350.
LIAO RY, SUN Y, LIU XB, *et al.* Research progress on extraction and determination of synthetic colorants in food [J]. Sci Technol Food Ind, 2020, 41(20): 342–350.
- [11] 方益, 戴意飞, 何鹏飞, 等. 人工合成色素检测方法研究进展[J]. 山东化工, 2020, 49(20): 44–45.
FANG Y, DAI YF, HE PF, *et al.* Research progress of synthetic pigment detection methods [J]. Shandong Chem Ind, 2020, 49(20): 44–45.
- [12] 曾永芳, 睦世闰, 李菡. 固相萃取-超高效液相色谱法同时测定葡萄酒中的 12 种合成色素[J]. 中国卫生检验杂志, 2015, 25(16): 2689–2692.
ZENG YF, SUI SG, LI Y. Simultaneous determination of 12 synthetic colours in wine by solid phase extraction-ultra high performance liquid chromatography [J]. Chin J Health Lab Technol, 2015, 25(16): 2689–2692.
- [13] 欧阳燕玲, 谢维平, 陈春祝. 高效液相色谱法检测葡萄酒中 5 种人工合成色素方法的探讨[J]. 中国卫生检验杂志, 2005, 15(10): 1218–1219.
OUYANG YL, XIE WP, CHEN CZ. Study on determination of five synthetic pigments in wine by high performance liquid chromatography [J]. Chin J Health Lab Technol, 2005, 15(10): 1218–1219.
- [14] 杨晓倩, 刘素华, 曹小丽. 固相萃取-超高效液相色谱法同时测定肉制品中 5 种合成着色剂[J]. 食品与药品, 2015, 17(4): 259–262.
YANG XQ, LIU SH, CAO XL. Simultaneous analysis of five kinds of synthetic colorants in meat products by SPE-UPLC [J]. Food Drug, 2015, 17(4): 259–262.
- [15] 鄢兵, 胡俊, 张云伟, 等. 超高效液相色谱法快速测定膨化食品中 7 种人工合成色素[J]. 中国卫生检验杂志, 2014, 24(2): 194–197.
YAN B, HU J, ZHANG YW, *et al.* Determination of seven synthetic pigments in puffed foods by ultra performance liquid chromatography [J]. Chin J Health Lab Technol, 2014, 24(2): 194–197.
- [16] 王硕, 张向明, 毛红霞, 等. 高效液相色谱法同时测定糖果中 6 种合成着色剂及其铝色淀[J]. 现代预防医学, 2016, 43(22): 4174–4178, 4182.
WANG S, ZHANG XM, MAO HX, *et al.* Simultaneous determination of 6 synthetic colorants and their aluminum lakes in candies by HPLC [J]. Mod Prev Med, 2016, 43(22): 4174–4178, 4182.
- [17] 陈海燕, 郑江. 高效液相色谱法同时测定巧克力豆中的 5 种合成着色剂及其铝色淀[J]. 中国卫生检验杂志, 2019, 29(5): 536–538.
CHEN HY, ZHENG J. Simultaneous determination of 5 synthetic colorants and their aluminum lakes in chocolate beans by HPLC [J]. Chin J Health Lab Technol, 2019, 29(5): 536–538.
- [18] ZHU SQ, ZHOU J, ZHANG HX. Liquid-liquid microextraction of synthetic pigments in beverages using a hydrophobic deep eutectic solvent [J]. Food Chem, 2017, 243: 351–356.
- [19] 王警, 郑娟梅, 王海波, 等. 高效液相色谱-串联质谱法同时测定饮料中 54 种食品添加剂[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(6): 1909–1919.
WANG J, ZHENG JM, WANG HB, *et al.* Simultaneous determination of 54 food additives in beverages by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2020, 11(6): 1909–1919.
- [20] 黄玉琴. HPLC 法测定保健食品胶囊壳中合成着色剂含量[J]. 食品安全导刊, 2021, (36): 116–120.
HUANG YQ. Determination of synthetic colorant in capsule shell of health food by HPLC [J]. China Food Saf Magaz, 2021, (36): 116–120.
- [21] 李志斌, 周雪梅. 凝胶制品中合成着色剂分析的样品前处理方法改进[J]. 食品安全质量检测学报, 2015, 6(5): 1903–1906.
LI ZB, ZHOU XM. Improved method for sample pretreatment on detecting synthetic coloring agents in colloid products [J]. J Food Saf Qual, 2015, 6(5): 1903–1906.
- [22] 叶帆, 黎丽颜, 陈斯其. 聚酰胺吸附-高效液相色谱法测定蜜饯中的七种水溶性偶氮着色剂[J]. 中国食品添加剂, 2020, (1): 139–146.
YE F, LI LY, CHEN SQ. Simultaneous determination of 7 water-soluble AZO colorants in preserved fruits by polyamide adsorption-HPLC [J]. China Food Addit, 2020, (1): 139–146.
- [23] 肖亮, 于忠飞, 薛芳, 等. 聚酰胺小柱净化-反相液相色谱同时测定海米中 4 种合成着色剂[J]. 中国食品添加剂, 2014, (6): 167–171.
XIAO L, YU ZF, XUE F, *et al.* Simultaneous determination of four synthetic colorants in dried shrimps by polyamide cartridge and HPLC [J].

- China Food Addit, 2014, (6): 167–171.
- [24] 钱疆, 杨方, 陈弛, 等. 超高效液相色谱飞行时间质谱测定食品中 36 种合成色素[J]. 食品科学, 2013, 34(6): 215–218.
- QIAN J, YANG F, CHEN C, *et al.* Determination of 36 artificial pigments in foods by ultra high performance liquid chromatography and time-of-flight mass spectrometry [J]. Food Sci, 2013, 34(6): 215–218.
- [25] 杨晓倩, 刘素华, 曹小丽. 固相萃取-超高效液相色谱法同时测定肉制品中 5 种合成着色剂[J]. 食品与药品, 2015, 17(4): 259–262.
- YANG XQ, LIU SH, CAO XL. Simultaneous analysis of five kinds of synthetic colorants in meat products by SPE-UPLC [J]. Food Drug, 2015, 17(4): 259–262.
- [26] 包慧敏, 和健, 李海瑞. HPLC 测定薄膜衣片中食用色淀的含量[J]. 现代应用药学杂志, 2008, 25(4): 340–343.
- BAO HM, HE J, LI HR. Quantitative determination of edible lake in film-coated tablets [J]. Chin J Mod Appl Pharm, 2008, 25(4): 340–343.
- [27] 张一丁, 常翠兰, 郭启雷, 等. 食品中柠檬黄铝色淀和日落黄铝色淀的毛细管区带电泳分析[J]. 色谱, 2014, 32(4): 438–442.
- ZHANG YD, CHANG CL, GUO QL, *et al.* Analysis of tartrazine aluminum lake and sunset yellow aluminum lake in foods by capillary zone electrophoresis [J]. Chin J Chromatogr, 2014, 32(4): 438–442.
- [28] 黄丽娟, 李道霞, 余晓琴, 等. 高效液相色谱法测定食品中 11 种合成着色剂及其铝色淀[J]. 理化检验-化学分册, 2020, 56(12): 1254–1260.
- HUANG LJ, LI DX, YU XQ, *et al.* Determination of 11 kinds of synthetic colorants and their aluminum lakes in foods by high performance liquid chromatography [J]. Phy Chem Inspect, 2020, 56(12): 1254–1260.
- [29] 胡贝, 李丽霞, 刘红, 等. SPE-HPLC 法测定食品中 8 种合成着色剂[J]. 食品工业, 2020, (1): 298–301.
- HU B, LI LX, LIU H, *et al.* Determination of 8 synthetic colorants in food by high performance liquid chromatography with solid phase extraction [J]. Food Ind, 2020, (1): 298–301.
- [30] 李素媛, 喻玺, 刘恒. 固相萃取-平行浓缩法测定食品中合成着色剂的研究[J]. 现代农业科技, 2018, (3): 252–253.
- LI SY, YU X, LIU H. Study on determination of synthetic colorants in food by solid phase extraction and parallel concentration method [J]. Mod Agric Sci Technol, 2018, (3): 252–253.

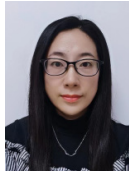
(责任编辑: 郑丽于梦娇)

作者简介



朱海佩, 工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。

E-mail: 123090283@qq.com



隋玉杰, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为食品质量安全检测。

E-mail: 34982163@qq.com