

食品中 46 种禁限用合成色素的分级提取净化体系研究

赵延胜^{1,2} 董英^{*1} 张峰² 杨敏莉² 冯峰² 储晓刚^{*2}

¹(江苏大学食品与生物工程学院, 镇江 212013) ²(中国检验检疫科学研究院食品安全研究所, 北京 100123)

摘要 建立了 46 种禁限用合成色素的分级提取净化体系, 采用反相液相色谱多波长检测对该体系的效果进行了评价。提取净化体系的第一级采用正己烷振荡提取、凝胶渗透色谱净化, 实现了对苏丹类染料的有效提取分离, 回收率均大于 80%; 第二级采用水振荡提取、乙腈辅助提取的手段, 实现了对大多数水溶性合成色素及工业染料的提取分离, 回收率均大于 60%; 第三级采用甲醇-氨水振荡提取, 可实现对少数极性较强染料的提取分离, 回收率均大于 55%。经过第二、三级提取后的样品, 无需再净化, 即可直接进行高效液相色谱分析, 提高了分析效率。采用此体系对样品进行合成色素的测定分析, 结果表明, 本方法对含蛋白质、脂肪类食品基质具有较强的适用性。

关键词 食品; 合成色素; 分级提取净化

1 引言

食品添加剂超量和超种类的滥用是目前食品安全所面对的重大问题之一, 合成色素不能为人体提供营养物质, 甚至会危害人体健康^[1]。个别食品加工企业除了过量添加允许使用的着色剂外, 甚至非法向食品中添加有毒性的工业染料, 如苏丹红、碱性橙、罗丹明 B 等^[2]。

近年来, 对于食品中限用合成色素的检测方法的研究已经很多^[3-7], 禁限用合成色素的仪器分析方法主要为高效液相色谱法及液相色谱串联质谱法等^[8-10]。但由于不同合成色素性质差异较大, 因此一般分析的目标化合物主要集中于某一类物质, 无法同时实现多种类组分化化合物的分离净化, 造成了前处理方法具有一定的局限性。因此, 有必要建立多种类合成色素的提取净化体系, 对食品中可能存在的不同极性、不同种类的合成色素组分进行分析。

基于合成色素种类繁多、性质差别较大的原因, 提取净化体系的建立首先要保证不同极性的合成色素能够被提取, 其次是提取净化体系对较多数的食品样品能够适用。奶酪样品中含有脂肪、蛋白质、水分等代表性食品基质, 本研究以奶酪为模型样品, 采用高效液相色谱多波长检测法, 建立了包括 46 种禁限用合成色素的分级提取净化体系。

2 实验部分

2.1 仪器、试剂与材料

1100 型高效液相色谱仪(美国 Agilent 公司), 配 DAD 检测器; GPC Vario 凝胶渗透色谱仪(德国 LCTech 公司); Kinetex C₁₈ 液相色谱柱(150 mm×4.6 mm×2.6 μm, 美国 Phenomenex 公司); MJ-3000 分析天平(日本 YMC 公司); SA31 振荡器(日本 Yamato 公司); Avanti J-26 XPI 高速冷冻离心机(美国 Beckman 公司)。

正己烷、乙腈、乙酸乙酯、环己烷、甲醇(色谱纯, 德国 Merck 公司), 氨水(28%~30%, 美国 GFS Chemicals 公司), 乙酸铵(色谱纯, 美国 Sigma 公司)。实验用水为 Milli-Q 超纯水。

苏丹类染料以及常用合成色素标准品购自德国 Dr. Ehrenstorfer GmbH 公司, 除苏丹类染料外的其它工业用染料购自美国 GM 公司。称取适量标准品, 配制成 500 mg/L 的储备液。奶酪样品购自北京市朝阳区某超市。

2011-05-07 收稿; 2011-09-16 接受

本文系北京市科技计划项目(No. D08050200310803), 国家质检总局科技计划项目(No. 2010IK138) 资助

* E-mail: ydong@ujs.edu.cn; xgchu@vip.sina.com

2.2 分级提取净化体系操作

由于 46 种禁限用合成色素种类不同,性质差异较大,而奶酪基质样品中脂肪和蛋白质含量较高,因此根据提取溶剂的 pK_a 值及极性大小,选取正己烷-乙腈-水-1% 氨水作为样品前处理的提取溶剂。样品分级提取净化步骤如下: (1) 称取 2.0 g 样品,加入 5 mL 水和 15 mL 正己烷,振荡 20 min,以 8000 r/min 低温离心,得到正己烷层、水层以及残渣; (2) 将正己烷层提取液旋转蒸发浓缩,以乙酸乙酯-环己烷(1:1, V/V) 定容至 10 mL,经过凝胶渗透色谱(GPC) 净化得到收集液,将收集液浓缩,用乙腈定容至 1 mL,过 0.45 μm 滤膜,待分析。(3) 水层加入 20 mL 乙腈,振荡 10 min,以 8000 r/min 低温离心,得到 25 mL 乙腈-水层提取液,将提取液过滤后旋转蒸发浓缩,用甲醇定容至 5 mL,过 0.45 μm 滤膜,待分析; (4) 剩余的残渣加入 15 mL 1% 氨水溶液,振荡 10 min,以 8000 r/min 低温离心后取上清液,得到氨水-甲醇溶液,旋转蒸发浓缩至 1~2 mL,甲醇定容至 5 mL,过 0.45 μm 滤膜,待分析。

2.3 GPC 净化条件

GPC 净化柱采用德国 S19 标准柱(400 mm \times 25 mm)。填料: Bio-Beads S-X3 200~400 目; 流动相: 乙酸乙酯-环己烷(1:1, V/V)。流速: 5 mL/min; 进样量: 5 mL; 收集时间: 24~36 min。

3 结果与分析

3.1 提取剂的选择

第一级提取剂采用弱极性的正己烷,有利于提取苏丹类染料这类脂溶性化合物,同时将脂肪从样品中提取出来,以避免对下一级的净化产生干扰; 第二级采用水作为提取剂,可提取水溶性合成色素,通过加入 4 倍体积乙腈,沉淀样品水提液中的蛋白质组分,同时防止极性相对偏弱的合成色素随蛋白质沉淀而损失; 第三级提取剂采用甲醇-氨水溶液,可提取强极性的合成色素及工业染料等化合物。

3.2 提取剂的添加量对合成色素回收率的影响

在分级提取过程中,乙腈作为水的辅助提取剂,其加入量为水的体积 4 倍。考察了正己烷-水-氨水-甲醇溶液的加入量对提取率的影响。向样品中分别添加有代表性的合成色素苏丹红 1、诱惑红和罗丹明 B,通过加入不同体积的提取剂,考察正己烷添加体积对苏丹红 1,水添加体积对诱惑红,氨水-甲醇的浓度和体积对罗丹明 B 的回收率影响。由图 1 可见,正己烷体积大于 10 mL 时,提取率趋于稳定,考虑到样品中脂肪成分的提取,确定正己烷体积为 15 mL; 水体积大于 5 mL 后,诱惑红的回收率平稳地保持在 90% 以上,确定水的体积为 5 mL; 氨水对罗丹明 B 的回收率影响不大,确定氨水浓度为 1% (图 2)。

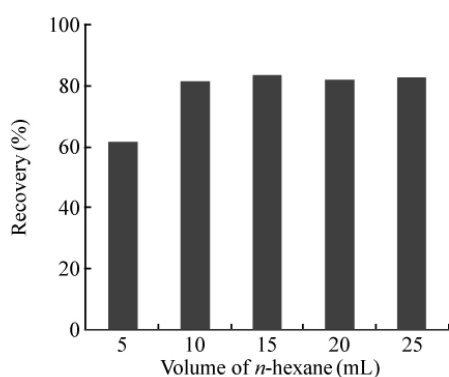


图 1 正己烷添加体积对苏丹红 1 回收率影响

Fig. 1 Recoveries of sudan red 1 adding different volumes of n-hexane

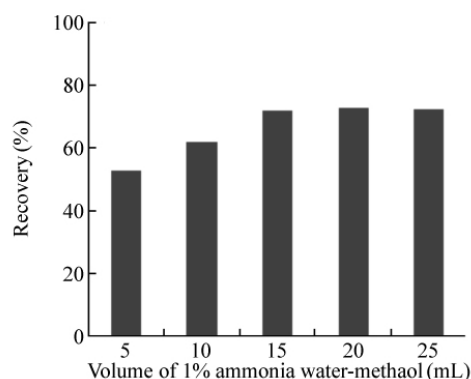


图 2 1% 氨水-甲醇体积对罗丹明 B 回收率影响

Fig. 2 Recoveries of Rhodamine B Chloride adding different volumes of 1% ammonia water-methanol

3.3 净化条件的选择

第一级正己烷样品提取溶液中含有较多的脂肪成分,采用凝胶渗透色谱可将其有效去除。如图 3 为加标样品正己烷提取溶液的凝胶渗透色谱紫外扫描图,脂肪大分子在 10~16 min 出峰,分析物在 26~34 min 出峰。因此,本研究将收集时间确定为 24~36 min。

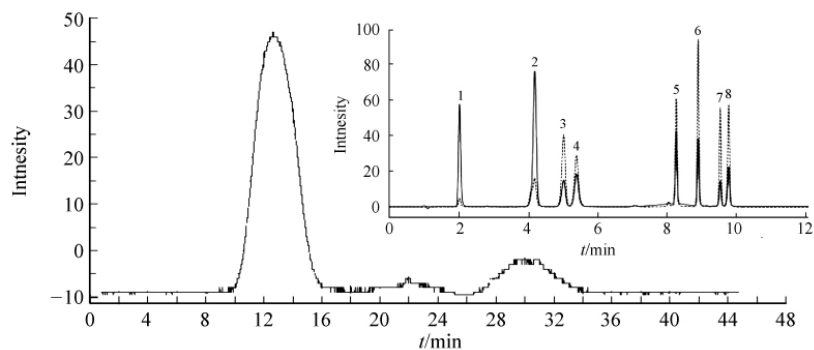
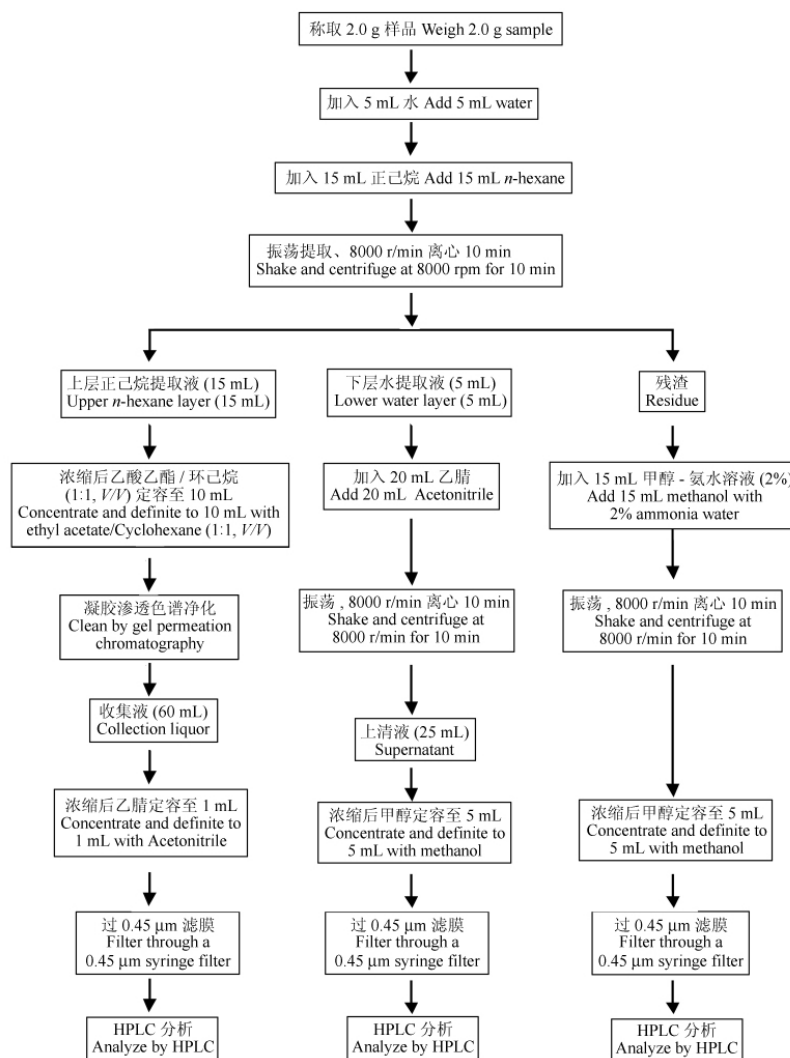


图 3 样品 GPC 净化过程紫外扫描色谱图 插图为 GPC 在 24 ~ 26 min 收集组分的液相色谱图

Fig. 3 UV chromatogram of GPC, inset is the chromatogram of fractions between 24 min and 36 min in GPC process

1. Sudan orange G; 2. Sudan Yellow; 3. Sudan red G; 4. Sudan I; 5. Sudan II; 6. Sudan III; 7. Sudan red 7B;
8. Sudan IV.

第二和第三级未采用聚酰胺吸附法, 原因在于经过正己烷和水振荡分配以及乙腈沉淀蛋白质后, 样品的二级、三级提取液可直接过滤后无需进一步净化, 即可上样分析, 从而简化了采用聚酰胺吸附法较为繁琐的处理过程。对于奶酪这种典型性样品的系统提取净化处理流程如图解 1 所示。



图解 1 奶酪样品中合成色素分级提取净化体系

Scheme 1 System of extraction and cleaning of synthetic pigments in cheese samples

3.4 液相色谱条件的优化

46 种禁限用合成色素种类和性质差别较大,为防止在混和标准溶液进样时不同性质化合物发生相互反应,根据各物质的性质将其分为 4 组:第一组为 8 种苏丹类染料化合物;第二组为 18 种常用的水溶性合成色素,包括国家允许使用及禁止使用;第三组为 12 种酸性染料化合物,一般作为工业染料使用;第 4 组为 8 种其它工业染料。

液相色谱 DAD 检测器采用多波长检测,可以有效避免杂质组分的干扰。第一组化合物为脂溶性苏丹类染料,属于极型偏弱的化合物,因此选择流动相为乙腈-水;第二组、第三组和第四组化合物的极性偏强,在弱酸性条件下色谱分离较好,因此选择流动相为甲醇-20 mmol/L 乙酸铵(pH=4.5)。结合各化合物的最大吸收波长,确定各组化合物的检测波长分别为:第一组 410 和 507 nm;第二组 410,507 和 625 nm;第三组 420,520,580 和 610 nm;第四组 410,490,510 和 614 nm。

表 1~表 4 分别列出了 4 组共 46 种合成色素及染料化合物的液相色谱保留时间以及相应的可见光区最大吸收波长。在各组相对应的液相色谱条件下,得到 4 组化合物的液相色谱图(图 4~图 7,图中色谱峰编号分别对应表 1~表 4 中每组化合物的编号)。各组化合物分离效果良好,且由于采用了可见光多波长检测,降低了基质的干扰。

表 1 第一组油溶性色素液相色谱参数及其梯度洗脱条件

Table 1 Parameters of LC chromatogram of the 1st group synthetic pigments and gradient conditions

序号 No.	分析物 Analyte	保留时间 Retention time (min)	λ_{\max} (nm)	Cas 号 Cas. No.	梯度洗脱条件 Gradient conditions			
					时间 Time (min)	乙腈 A Acetonitrile A (%)	水 B Water B (%)	流速 Flow rate (mL/min)
1	苏丹橙 G Sudan orange G	2.000	378	842-07-9	0.00	70	30.0	0.800
2	苏丹黄 Sudan Yellow	4.175	412	60-11-7	5.00	70.0	30.0	0.800
3	苏丹红 G Sudan red G	5.009	498	1229-55-6	6.00	100.0	0.0	0.800
4	苏丹红 I Sudan red I	5.382	478	842-07-9	15.00	100.0	0.0	0.800
5	苏丹红 2 Sudan red II	8.265	494	3118-97-6				
6	苏丹红 3 Sudan red III	8.898	502	85-86-9				
7	苏丹红 7B Sudan red 7B	9.538	534	6368-72-5				
8	苏丹红 4 Sudan red IV	9.780	514	85-83-6				

表 2 第二组水溶性色素液相色谱参数及其梯度洗脱条件

Table 2 Parameters of LC chromatogram of the 2nd group synthetic pigments and gradient conditions

序号 No.	分析物 Analyte	保留时间 Retention time (min)	λ_{\max} (nm)	Cas 号 Cas. No.	梯度洗脱条件 Gradient conditions			
					时间 Time (min)	甲醇 A Methanol A (%)	20 mmol/L 乙酸铵 B Ammonium acetate B (%)	流速 Flow rate (mL/min)
1	柠檬黄 Tartrazine	1.914	428	1934-21-0	0.00	10.0	90.0	0.500
2	苋菜红 Amaranth	6.192	525	915-67-3	2.00	10.0	90.0	0.500
3	胭脂红 Ponceau 4R	7.002	507	2611-82-7	2.10	30.0	70.0	0.500
4	日落黄 Sunset Yellow FCF	8.187	483	2783-94-0	10.00	30.0	70.0	0.500
5	酸性红 1 Acid Red 1	11.665	534	3734-67-6	12.00	40.0	60.0	0.500
6	酸性黄 17 Acid Yellow 17	12.069	410	6359-98-4	25.00	80.0	20.0	0.500
7	诱惑红 Allura Red AC	12.519	508	25956-17-6	30.00	80.0	20.0	0.500
8	羊毛绿 Wool Green S	15.777	635	3087-16-9				
9	酸性红 13 Acid Red 13	17.393	510	6039-95-8				
10	丽春红 2R Ponceau 2R	18.453	508	3761-53-3				
11	丽春红 SX Ponceau SX	18.719	504	4548-53-2				
12	偶氮玉红 Azorubine	19.431	520	3567-69-9				
13	丽春红 3R Ponceau 3R	20.103	512	3564-9-8				
14	专利蓝 V Patent Blue V	22.038	635	3536-49-03				
15	橙色 2 Orange II	23.138	486	633-96-5				
16	酸性金黄 Orange I	24.172	420	523-44-4				
17	赤藓红 Erythrosine	25.996	534	16423-68-03				
18	罗丹明 B Rhodamine B Chloride	27.385	549	81-88-9				

表 3 第三组酸性色素液相色谱参数及其梯度洗脱条件

Table 3 Parameters of LC chromatogram of the 3rd group synthetic pigments and gradient conditions

序号 No.	分析物 Analyte	保留时间 Retention time (min)	λ_{\max} (nm)	Cas 号 Cas. No.	梯度洗脱条件 Gradient conditions			
					时间 Time (min)	甲醇 A Methanol A (%)	20 mmol/L 乙酸铵 B Ammonium acetate B (%)	流速 Flow rate (mL/min)
1	酸性红 R Acid Red 18	1.861	510	2611-82-7	0.00	20.0	80.0	0.500
2	酸性红 6B Acid Fuchsin 6B	6.722	528	4321-69-1	2.00	20.0	80.0	0.500
3	酸性墨水蓝 Acid Blue 93	8.403	606	28983-56-4	2.10	40.0	60.0	0.500
4	酸性紫红 B Acid Carmoisine B	10.571	518	3567-69-9	15.00	60.0	40.0	0.500
5	酸性嫩黄 G Acid Yellow 11	15.123	420	6359-82-6	15.10	70.0	30.0	0.500
6	酸性黑 1 Acid Black 1	16.437	618	1064-48-8	30.00	80.0	20.0	0.500
7	酸性翠蓝 2G Acid Blue 7	20.195	634	3486-30-4				
8	酸性紫 N-FBL Acid Violet 48	22.923	594	12220-51-8				
9	酸性深蓝 P-2RB Acid Blue 113	23.593	578	3351-05-1				
10	酸性橙 RXL Acid Orange 67	24.241	428	12220-06-3				
11	酸性深蓝 P-B Acid Blue 120	25.081	586	3529-01-9				
12	酸性黑 P-7BR Acid Black 24	26.926	582	3071-73-6				

表 4 第四组色素液相色谱参数及其梯度洗脱条件

Table 4 Parameters of LC chromatogram of 4th group synthetic pigments and gradient conditions

序号 No.	分析物 Analyte	保留时间 Retention time (min)	λ_{\max} (nm)	Cas 号 Cas. No.	梯度洗脱条件 Gradient conditions			
					时间 Time (min)	甲醇 A Methanol A (%)	20 mmol/L 乙酸铵 B Ammonium acetate B (%)	流速 Flow rate (mL/min)
1	红色基 B Diabase Red B	10.507	400	97-52-9	0.00	10.0	90.0	0.500
2	阳离子荧光红 X-R Basic Red 14	14.775	524	12217-48-0	2.00	10.0	90.0	0.500
3	反应艳蓝 KN-3RL Reactive Blue 19	15.082	586	2580-78-1	2.10	40.0	60.0	0.500
4	碱性艳橙 G Basic Orange 2	16.813	448	532-82-1	15.00	50.0	50.0	0.500
5	阳离子艳蓝 X-RRL Basic Blue 41	17.637	614	12270-13-2	20.00	70.0	30.0	0.500
6	曙红钠 Eosine	22.776	526	15086-94-9	25.00	70.0	30.0	0.500
7	直接艳黄 4R Direct Yellow 12	23.369	406	2870-32-8	25.10	80.0	20.0	0.500
8	分散红 S-R Disperse Red 9	28.983	488	82-38-2	30.00	80.0	20.0	0.500

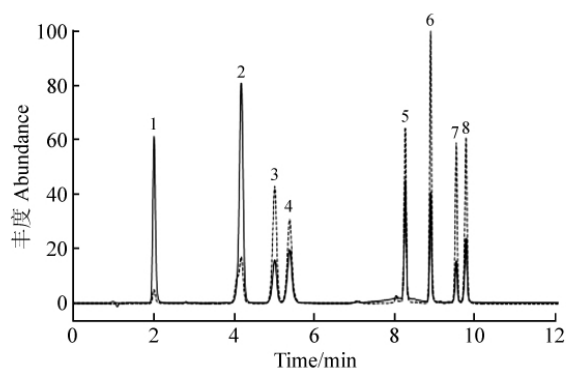


图 4 第一组苏丹类染料液相色谱图

Fig. 4 LC chromatograms of the 1st group

The peaks number are the same as in Table 1.

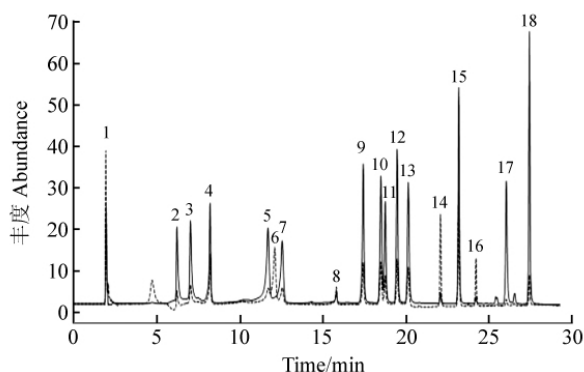


图 5 第二组水溶性色素液相色谱图

Fig. 5 LC chromatograms of the 2nd group

The peaks number are the same as in Table 2.

3.5 加标回收结果分析

样品进行 46 种禁限用合成色素及染料化合物加标(苏丹类添加水平为 0.1 mg/L,其它化合物添加水平为 2.0 mg/L) 经过系统提取净化后进行液相色谱分析,经外标法定量计算分别得到第一、二、三级提取净化路线的回收率,根据 3 倍信噪比($S/N=3$) 计算各合成色素及染料化合物的检出限等(表 5)。由表 5 可见,苏丹类染料属于脂溶性合成色素,因此只存在于第一级提取体系中;其它 38 种水溶性合成

表 5 奶酪样品 46 种合成色素及染料化合物各级提取加标回收率 ($n=5$)Table 5 Recoveries of the 3 grade extraction of spiked samples ($n=5$)

	名称 Name	线性范围 Linear (mg/L)	第一级回收率 Recovery of 1 st Grade (%)	第二级回收率 Recovery of 2 nd Grade (%)	第三级回收率 Recovery of 3 rd Grade (%)	检出限 Limited of Detection (mg/kg)
第一级 包含组分 Analyst in 1 st Group	苏丹橙 G Sudan orange G	0.01 ~ 1.0	86.4	-	-	0.015
	苏丹黄 Sudan Yellow	0.005 ~ 1.0	82.9	-	-	0.008
	苏丹红 G Sudan red G	0.01 ~ 1.0	82.0	-	-	0.030
	苏丹红 1 Sudan red I	0.01 ~ 1.0	83.3	-	-	0.040
	苏丹红 2 Sudan red II	0.01 ~ 1.0	82.6	-	-	0.020
	苏丹红 3 Sudan red III	0.01 ~ 1.0	83.4	-	-	0.012
	苏丹红 7B Sudan red 7B	0.01 ~ 1.0	83.1	-	-	0.020
	苏丹红 4 Sudan red IV	0.01 ~ 1.0	82.6	-	-	0.020
第二级含量 较多组分 Analyst in 2 nd Group	苋菜红 Amaranth	0.025 ~ 2.5	-	99.9	8.9	0.045
	胭脂红 Ponceau 4R	0.025 ~ 2.5	-	96.9	3.5	0.040
	日落黄 Sunset Yellow FCF	0.025 ~ 2.5	-	92.0	5.2	0.035
	酸性红 1 Acid Red 1	0.025 ~ 2.5	-	90.5	4.6	0.045
	酸性黄 17 Acid Yellow 17	0.035 ~ 2.5	-	86.7	-	0.075
	诱惑红 Allura Red AC	0.030 ~ 2.5	-	102.2	5.0	0.055
	羊毛绿 Wool Green S	0.010 ~ 2.5	-	96.0	6.5	0.015
	酸性红 13 Acid Red 13	0.020 ~ 2.5	-	89.9	6.8	0.025
	丽春红 2R Ponceau 2R	0.020 ~ 2.5	-	92.3	6.8	0.025
	丽春红 SX Ponceau SX	0.025 ~ 2.5	-	86.8	7.1	0.035
	偶氮玉红 Azorubine	0.020 ~ 2.5	-	91.3	6.0	0.025
	丽春红 3R Ponceau 3R	0.020 ~ 2.5	-	88.6	7.5	0.020
	专利蓝 V Patent Blue V	0.010 ~ 2.5	-	92.8	6.0	0.005
	橙色 2 Orange II	0.010 ~ 2.5	-	85.2	8.9	0.020
	酸性金黄 Orange I	0.050 ~ 2.5	-	66.0	16.6	0.095
	酸性红 6B Acid Fuchsine 6B	0.025 ~ 2.5	-	97.8	5.2	0.035
	酸性墨水蓝 Acid Blue 93	0.050 ~ 2.5	-	94.8	-	0.110
	酸性紫红 B Acid Carmoisine B	0.050 ~ 2.5	-	94.1	5.3	0.135
	酸性嫩黄 G Acid Yellow 11	0.100 ~ 2.5	-	87.4	8.2	0.210
	酸性黑 1 Acid Black I	0.010 ~ 2.5	-	72.2	8.6	0.020
酸性翠蓝 2G Acid Blue 7	0.010 ~ 2.5	-	76.2	18.9	0.020	
分散红 B Diabase Red B	0.025 ~ 2.5	-	66.6	3.7	0.035	
反应艳蓝 KN-3RL Reactive Blue 19	0.050 ~ 2.5	-	75.2	7.3	0.100	
阳离子艳蓝 X-RRL Basic Blue 41	0.010 ~ 2.5	-	51.9	8.5	0.020	
分散红 S-R Disperse Red 9	0.025 ~ 2.5	-	80.2	-	0.055	
第二、三级 含量相当 组分 Analyst in 2 nd and 3 rd Group	柠檬黄 Tartrazine	0.025 ~ 2.5	-	29.0	35.8	0.055
	酸性红 18 Acid Red 18	0.075 ~ 2.5	-	24.7	48.5	0.120
	酸性紫 N-FBL Acid Violet 48	0.025 ~ 2.5	-	38.0	33.8	0.060
	阳离子荧光红 X-R Basic Red 14	0.025 ~ 2.5	-	48.4	24.5	0.030
	曙红钠 Eosine	0.010 ~ 2.5	-	42.9	40.2	0.015
直接艳黄 4R Direct Yellow 12	0.025 ~ 2.5	-	35.2	36.2	0.035	
第三级含量 较多组分 Analyst in 3 rd Group	赤藓红 Erythrosine	0.025 ~ 2.5	-	13.8	57.2	0.030
	罗丹明 B Rhodamine B Chloride	0.010 ~ 2.5	-	15.4	71.9	0.015
	酸性深蓝 P-2RB Acid Blue 113	0.025 ~ 2.5	-	-	79.4	0.030
	酸性橙 RXL Acid Orange 67	0.050 ~ 2.5	-	13.1	59.7	0.080
	酸性深蓝 P-B Acid Blue 120	0.020 ~ 2.5	-	-	65.7	0.025
酸性黑 P-7BR Acid Black 24	0.050 ~ 2.5	-	-	71.2	0.095	
碱性艳橙 G Basic Orange 2	0.025 ~ 2.5	-	2.9	81.1	0.045	

色素和染料不被正己烷提取,因此大多数存在于第二级提取体系中(25种),较少数(6种)在第二、三级提取中均有分布,说明其极性较强;还有少数(7种)合成色素及染料则存在于更强极性的第三级提取体系中。46种化合物的回收率均大于60%,说明此分级提取净化平台基本适用于46种禁限用合成色素

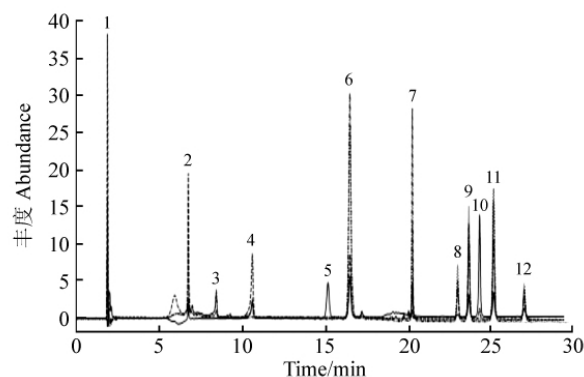


图 6 第三组酸性染料液相色谱图

Fig. 6 LC chromatograms of the 3rd group

The peaks number are the same as in Table 3.

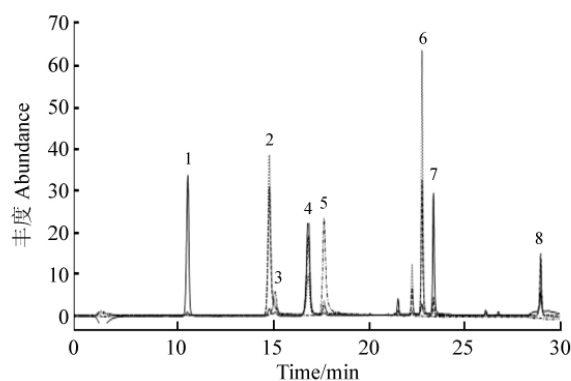


图 7 第四组染料化合物液相色谱图

Fig. 7 LC chromatogram of the 4th group

The peaks number are the same as in Table 4.

及染料化合物分析。由于 46 种化合物在合成色素及染料化合物中具有一定的代表性,因此,本方法对于食品中未知合成色素的筛查具有一定的参考价值。

采用分级提取净化体系-反相高效液相色谱法对市场上 5 种奶酪产品进行检测。结果表明,样品中均未检出添加合成色素。

3.6 小结

本实验以奶酪作为分析对象,经过三种不同溶剂体系(正己烷-乙腈水-甲醇氨水)提取净化处理,以液相色谱-DAD 检测器作为分析手段,建立了 46 种人工合成色素及非法违禁添加合成色素或染料的分析平台。此分级提取净化平台的特点是:能够有效地对不同极性范围的多种合成色素及染料化合物进行分级提取,利用 DAD 检测器的可见波长对合成色素及染料化合物进行分析,可以有效避免其它杂质组分对样品中着色组分的干扰。

References

- 1 Chen Q C, Mou S F, Houa X P, Riviellol J M, Nia Z M. *J. Chromatogr. A*, **1998**, 827(1): 73 ~ 81
- 2 GB 2760 2007 *Hygienic Standards for Uses of Food Additives*. National Standards of the People's Republic of China
食品添加剂卫生使用标准. 中华人民共和国国家标准
- 3 GB/T 5009.35 2003 *Determination of Synthetic Colour in Foods*. National Standards of the People's Republic of China
食品中合成着色剂的测定. 中华人民共和国国家标准
- 4 Minitoi K S, Sakellariou C F, Thomaidis S. *Anal. Chim. Acta*, **2007**, 583(01): 103 ~ 104
- 5 Wang X, Song G X, Wu W P, Zhao J F, Hu Y M. *Chromatographia*, **2008**, 68(7-8): 659 ~ 662
- 6 Vachirapatama N, Mahajaroensiri J, Visessanguan W. *Journal of Food and Drug Analysis*, **2008**, 16(5): 77 ~ 82
- 7 Yoshioka N, Ichihashi K. *Talanta*, **2008**, 74(5): 1408 ~ 1413
- 8 MA Qiang, BAI Hua, WANG Chao, ZHANG Qing, MA Wei, ZHOU Xin, DONG Yi-Yang, WANG Bao-Lin. *Chinese J. Anal. Chem.*, **2010**, 38(1): 51 ~ 56
马强,白桦,王超,张庆,马微,周新,董益阳,王宝麟. 分析化学, **2010**, 38(1): 51 ~ 56
- 9 LIU Min, LI Xiao-Lin, BIE Wei, WANG Ming-Lin, FENG Qian. *Chinese Journal of Chromatography*, **2011**, 29(2): 162 ~ 167
刘敏,李小林,别玮,王明林,冯骞. 色谱, **2011**, 29(2): 162 ~ 167
- 10 ZHAO Shan, ZHANG Jing, YANG Yi, SHAO Bing. *Chinese Journal of Chromatography*, **2010**, 28(4): 356 ~ 362
赵珊,张晶,杨奕,邵兵. 色谱, **2010**, 28(4): 356 ~ 362

