固相萃取-高效液相色谱法检测多种食品基质中10种人工合成着色剂方法研究

李彤辉[1]，尚伟[2]，周楠[1]，王玫[3]，袁利杰[1]

（1.河南省口岸食品检验检测所，河南郑州 450003）（2.解放军第九八八医院，河南郑州 450042）

（3.郑州轻工业学院计算机与通信工程学院，河南郑州 450000）

摘要：建立一种同时测定不同食品基质中柠檬黄、日落黄、新红、苋菜红、靛蓝、胭脂红、诱惑红、亮蓝、赤藓红、酸性红十种人工合成着色剂的分离分析方法。对比 Eclipse XDB C18、Venusil XBP C18 及 Symmetry C18 三种不同色谱柱对十种着色剂的分离情况，研究 Sep-Pak Plus QMA、ProElut PWA-2 及 Cleanert PWAX-SPE 三种固相萃取小柱的回收率及不同食品基质的前处理提取方法。本方法在 27 min 内可以实现十种人工合成着色剂的分离分析，在 0.20~50.00 μg/mL 的范围内有良好的线性关系(R^2>0.999)，标准混合物在样品中的回收率范围为 69.71%~103.80% (n=6)，相对标准偏差范围为 0.72%~9.41% (n=6)。本方法前处理简便高效，准确度高，重现性好，回收率、检出限及精密度均能达到国家标准要求，假阴性率底，适用于基层实验室大批量多种基质食品中人工合成着色剂的筛查检测。

关键词：固相萃取；食品；高效液相色谱法；人工合成着色剂

文章篇号：1673-9078(2019)02-279-284 DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2019.2.039

Determination of 10 Kinds of Synthetic Colorants in Variety of Food Substrates by SPE-HPLC

LI Tong-hui[1], SHANG Wei[2], ZHOU Nan[1], WANG Mei[3], YUAN Li-jie[1]

(1.Food Inspection and Testing Institute of Henan Province, Zhengzhou 450003, China) (2. No.988 Hospital of Chinese PLA, Zhengzhou 450042, China) (3.Zhengzhou University of Light Industry School, Computer and Communication Engineering, Zhengzhou 450000, China)

Abstract: To establish a separation and analysis method for the simultaneous determination of 10 kinds of synthetic colorants, such as lemon yellow, sunset yellow, new red, amaranth, indigo, carmine, tempting red, bright blue, red peony and acid red. Comparing the separation of 10 colorants with Eclipse XDB-C18, Venusil XBP C18 and Symmetry C18 columns, the recovery rates of three solid phase extraction cartridges on Sep-Pak Plus QMA, ProElut PWA-2 and Cleanert PWAX-SPE for ten kinds of Synthetic colorants were characterized for qualitative and quantitative purposes. This method could realize the separation and analysis of ten synthetic colorants in 27 min. It has a good linear relationship in the range of 0.20~50.00 μg/mL (R^2>0.999). The recovery ratio of the standard mixture was 69.71%~103.80% (n=6) in the samples, relative standard deviation range was 0.72%~9.41% (n=6). The pretreatment of this method was simple and efficient, with high accuracy and good reproducibility. The recovery rate, detection limit and precision could meet the requirements of national standards. The false negative rate was suitable for large-scale matrix foods in grassroots laboratories.

Key words: solid phase extraction; food; HPLC; synthetic colorants

食品着色剂，又称食用色素，用于改善食品色泽，促进食欲，以提高食品商业价值，在现代食品工业中的使用率日益增长[1~4]。食品着色剂可分为天然着色剂和人工合成着色剂。人工合成着色剂是用人工化学合成方法所制得的有机色素，主要是以苯胺染料（从煤焦油中分离出）为原料制成的，具有成本低、种类多、易上色、色泽鲜亮等特点。然而，有些人工合成着色剂能够对人体产生慢性毒性，大量摄入则易诱发中毒、过敏症状，严重的能导致致癌、致畸等危害[5]。国标 GB 2760-2014《食品添加剂使用标准》中明确规定了人工合成着色剂作为食品添加剂的最大使用限量[6]，

收稿日期：2018-09-25

基金项目：国家自然科学基金资助项目（61704157）

作者简介：李彤辉（1989-），女，助理工程师，硕士研究生，研究方向：食品检测

通讯作者：袁利杰（1979-），女，副主任技师，研究方向：食品化学

在国家食品安全抽检实施细则中，85%以上的食品细类在抽检或监测检测上对其使用有一定要求。然而仍有部分商家为追求利益最大化不合理使用人工合成着色剂，严重影响消费者生命安全，因此，建立一种高效快捷准确测定多种常用人工合成着色剂的分析方法迫在眉睫。

目前，人工合成着色剂的常用检测方法有 GB 5009.35、GB/T 21916 和 SN/T 1743，共涉及柠檬黄、日落黄、新红、苋菜红、靛蓝、胭脂红、诱惑红、亮蓝、赤藓红、酸性红十种色素，饮料、配制酒、淀粉软糖、硬糖、蜜饯、巧克力豆、着色糖衣制品及水果罐头七种食品细类，并不能满足基层实验室多种食品基质检测的需要[7~9]。另外，传统的检测方法存在前处理操作繁琐、耗时，多次洗涤、转移造成目标物含量损失等问题，大大影响了分析检测的效率和检测结果的准确度[10~12]。本研究从基层实验室实际应用的需要考虑，针对不同基质的食品样品，建立一种同时测定十种常用人工合成着色剂的提取和分析方法，操作简单便捷，准确度高，满足日常检测工作的需要。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

高效液相色谱仪 HPLC（美国 Waters e2695）；自动氮吹浓缩仪（郑州宝晶）；离心机（德国 SIGMA）；固相萃取装置（美国 Agilent）。

十种色素标准品（Dr. Ehrenstorfer）：柠檬黄（0.25 g，95.5%）、新红（0.1 g，89.0%）、苋菜红（0.25 g，92.8%）、靛蓝（0.25 g，90.0%）、日落黄（50 mg，90.5%）、诱惑红（0.1 g，86.3%）、亮蓝（0.25 g，91.6%）、赤藓红（0.25 g，91.0%）、酸性红（0.1 g，78.0%）、胭脂红（0.1 g，89.8%）；色谱纯：甲醇、乙醇、乙腈、乙酸铵；分析纯：氨水、甲酸、柠檬酸、石油醚；0.45 μm 滤膜（BIOFIL）；实验室用水为 Milli-Q 超纯水；固相萃取柱：Sep-Pak Plus QMA 360 mg（美国 Waters）；Cleanert PWAX-SPE 150 mg/6 mL（天津博纳艾杰尔）；ProElut PWA-2 150 mg/6 mL（北京迪马）。

1.2 实验方法

1.2.1 前处理方法

Cleanert PWAX-SPE：称取 2.00 g 样品于 50 mL 离心管中，加入 5 mL 无水乙醇-氨水溶液-水溶液（7:2:1），涡旋振荡后 80 ℃水浴超声 10 min，8000 r/min 离心 5 min，重复提取至样品溶液无色，合并上清液，用 20 %柠檬酸水溶液调节 pH 至 6 左右；PWAX 小柱依次用 6 mL 甲醇、6 mL 水活化，加入样品提取液 10 mL，6 mL 水（pH=4）、6 mL 甲醇-甲酸（6:4）、6 mL 水淋洗，吹干小柱，6 mL 2%氨化甲醇洗脱，收集洗脱液，45 ℃氮吹至干，用水定容至 1 mL，过 0.45 μm 滤膜备用。

ProElut PWA-2：取 1.00 g 样品，加入 10 mL 提取液 A（取 140 mL 乙醇：乙腈（2:1）混合溶液，加入 60 mL 水和 2 mL 氨水，混匀），振荡后 40 ℃水浴超声提取 10 min，8000 r/min 离心 2 min，重复提取至样品溶液无色，合并上清液，用甲酸调节 pH 至 4 左右，待净化；PWA-2 小柱依次用 5 mL 甲醇、5 mL 10%甲酸水活化，加入待净化液，弃去流出液，加入 5 mL 甲醇淋洗，5 mL 15%氨水甲醇溶液洗脱，收集洗脱液，45 ℃氮吹至约 300 μL，用流动相定容至 1 mL，过 0.45 μm 滤膜备用。

Sep-Pak Plus QMA：称取 2.00 g 样品于 50 mL 离心管中，加 10 mL 无水乙醇-氨水溶液(量取无水乙醇 80 mL，氨水 1 mL，加水定容至 100 mL，混匀)，涡旋振荡 5 min，8000 r/min 离心 10 min，收集上清液，重复操作三次，合并上清液 80 ℃水浴浓缩至约 2 mL，用 2 %的氨水调节 pH 为 8，待净化；QMA 小柱依次加 5 mL 甲醇、5 mL 水活化，加入全部待净化液，依次用 3 mL pH=8 的水和 3 mL pH=8 的 50%甲醇淋洗，用 10 mL 盐酸-乙醇溶液（1:9）洗脱，收集洗脱液，氨水中和后 80 ℃水浴浓缩至尽干，用 50%的甲醇溶液溶解并定容至 10 mL，过 0.45 μm 滤膜备用。

1.2.2 色谱条件

色谱柱：Eclipse XDB-C18 4.6×250 mm，5 μm；流速：1.00 mL/min；进样量：10 μL；柱温：35 ℃；检测器：PDA；检测波长：254 nm；流动相：A：0.02 mol/L 乙酸铵；B：甲醇；梯度洗脱条件见表 1：

表 1 流动相梯度洗脱条件

Table 1 Gradient elution conditions of the mobile phase

时间/min	0	5	10	14	15	21	21.1	27
A/%	90.0	85.0	30.0	60.0	10.0	10.0	90.0	90.0
B/%	10.0	15.0	70.0	40.0	90.0	90.0	10.0	10.0

1.2.3 统计学方法

实验数据按 GB/T 5009.35-2016《食品中合成着色剂的测定》方法算得，标准曲线及方差分析由液相色谱仪软件自动分析所得。

2 结果与讨论

2.1 色谱柱条件的优化和选择

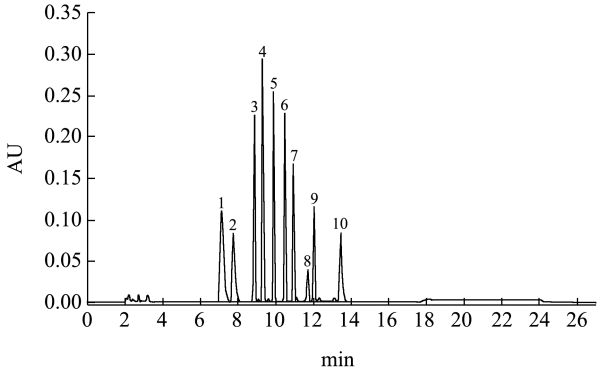

图 1 Symmetry C18 对十种着色剂分离色谱图

Fig.1 The separation chromatogram of 10 colorants on symmetry C18

注：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-酸性红，10-赤藓红。下图同。

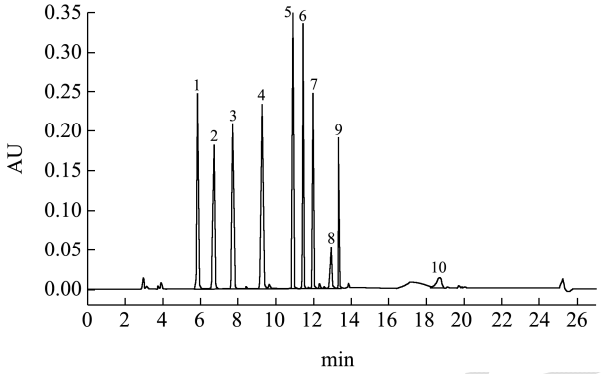

图 2 Venusil XBP C18 对十种着色剂分离色谱图

Fig.2 The separation chromatogram of 10 colorants on Venusil XBP C18

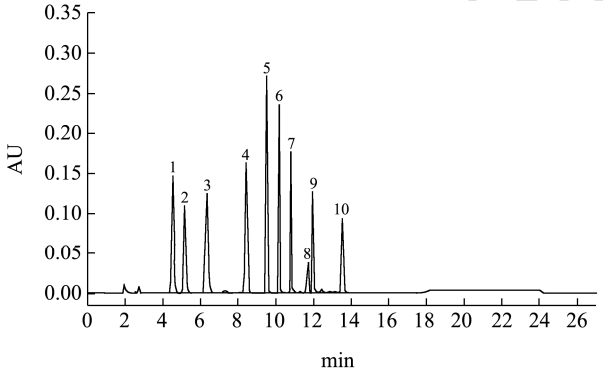

图 3 Eclipse XDB C18 对十种着色剂分离色谱图

Fig.3 The separation chromatogram of 10 colorants on Eclipse XDB C18

不同品牌 C18 色谱柱的填料、极性及其对酸碱的耐受性会有一定的差异，同时测定十种人工合成着色剂对色谱柱的分离度等条件要求较高。在仪器、流动相、柱温、进样量等条件相同的情况下，同为 4.6×250 mm，5μm 规格的 Eclipse XDB C18、Venusil XBP C18 及 Symmetry C18 三种色谱柱对十种着色剂分离情况进行研究，如图 1~3。由图可知，十种着色剂在 Symmetry 上出峰时间较为集中（7~14 min），但柠檬黄、酸性红、赤藓红略微拖尾，在大批量走样时容易造成峰连接或出现双头峰，适用于样品量少，基质简单的科研项目使用；Venusil XBP C18 对除赤藓红外的着色剂分离度较好，峰展宽较窄，但对赤藓红的结合度较底，适用于除赤藓红外的着色剂分离使用；Eclipse XDB C18 在 15 min 内将目标峰全部冲出，峰展宽适中，选择性和分离能力相对较高。通过实验室长期使用发现，Eclipse XDB C18 柱效高，重现性好，分析速度快，使用寿命相对较长，进行某些大分子如蛋白、肽和生物等物质分析时也能有效分离，对 pH 的要求也更加宽泛，适用于批次较大，样品基质复杂的基层实验室使用。

2.2 不同固相萃小柱取对样品回收率的影响

本次研究中，我们采取了三种固相萃取小柱的净化处理方法，分别是：ProElut PWA-2、Cleanert PWAX 和 Sep-Pak Plus QMA。测定这三种小柱净化处理后的样品回收率(加标量均为 10 mg/kg)，见表 2。由表可知，PWAX 小柱对十种色素的回收率相较于其他两种小柱普遍略低；QMA 小柱对样品基质纯度要求较高，在实际实验中反复调节 pH，前处理时间长，工作效率较低，更适用于基质单一的样品处理；PWA-2 小柱有较好的回收率和重复性，多批次处理下假阴性率低，对样品基质选择范围更广泛，除杂净化效果好，可大大提高样品前处理工作效率，且成本较低，适用于基层实验室食品样品初筛。故以下实验均使用 Eclipse XDB C18 为色谱柱，PWA-2 为固相萃取小柱进行处理。

表 2 不同固相萃取方法下 10 种色素的回收率

Table 2 Recoveries of 10 synthetic colorants by different solid phase extraction methods (n=6)

名称	固相萃取小柱		
	PWAX	PWA-2	QMA
柠檬黄	94.21~101.50	96.34~105.48	96.31~107.52
新红	83.45~90.71	89.27~97.79	90.20~98.71
苋菜红	88.90~92.11	91.60~99.28	96.53~103.79
靛蓝	72.19~80.95	78.73~85.35	79.92~89.87
胭脂红	78.90~100.32	93.52~99.11	98.11~110.63
日落黄	88.45~103.57	96.47~109.10	99.65~112.94
诱惑红	90.34~106.76	93.46~98.09	97.88~99.10
亮蓝	69.62~77.85	73.22~86.58	76.95~89.01
酸性红	77.80~85.49	90.40~93.16	83.21~94.20
赤藓红	68.88~83.26	89.77~96.43	97.40~98.31

2.3 不同食品基质前处理研究

不同基质的食品如含油脂、蛋白较高、基质复杂且扩散（茶叶）、含胶基（果冻）等，在提取净化过程中，应有不同的侧重点，按照相同的前处理方法处理其回收率并不能达到较满意的效果。本实验方法针对不同食品基质的特点，对前处理过程进行有侧重点的提取净化，使其更适用于基层实验室大批量初筛检测。

2.3.1 饮料类、酒类

取 1.00 g 试样，加 10 mL 提取液 A，振荡超声提取 10 min，加入适量甲酸，调节溶液 pH 值约为 4.0，待净化。含二氧化碳的饮料应先超声 20 min 去除二氧化碳，含果肉或纤维等样品超声提取完后，8000 r/min 离心 5 min，收集上清液。

2.3.2 固体类样品

取 1.00 g 试样加 10 mL 提取液 A，振荡超声提取 10 min，离心 5 min，收集上清液；取下层残留物，重复提取至样品溶液无色，合并上清液，加入适量甲酸，调节溶液 pH 值约为 4.0，待净化。若样品中含有大量油脂如调味面制品、膨化食品等，应先加入 10 mL 石油醚，涡旋混合 2 min，8000 r/min 离心 5 min，弃去石油醚上清液，再对试样残渣进行提取，方法同上。

2.3.3 糖果、果冻

取 1.00 g 试样加 10 mL 提取液 A，先 40 ℃水浴超声直至样品完全溶解以避免糖浆、凝胶等物质影响提取液过柱，再进行提取，步骤同 3.3.2。

2.3.4 蜜饯凉果类

取 1.00 g 试样加 10 mL 提取液 A，先浸泡过夜使试样泡发，更利于目标物的提取，步骤同 3.3.2。

2.3.5 茶叶及相关制品、水果干制品、蔬菜干制品等干散型样品

取 1.00 g 试样，加入 10 mL 提取液 A，振荡、超声提取 10 min，8000 r/min 离心 10 min，收集上清液；干散型样品一般离心效果不太理想，需多次提取（3~5 次）稀释样品中目标物浓度，合并上清液减少目标物损失，再加入适量甲酸，调节溶液 pH 值约为 4.0，待净化。

2.3.6 乳及乳制品和含乳的冷冻饮品

对于含固态果肉的液态乳制品需要用匀浆机进行匀浆，对于干酪等固态乳制品，需用试样与水的质量比为 1∶4 进行匀浆。称取匀浆后试样约 1.00 g 于 50 mL 离心管，加 10 mL 提取液 A，轻轻上下颠倒离心管若干次，避免大幅度振摇防止乳化，提取至样品无色，必要时，8000 r/min 低温冷冻离心 5 min，收集上清液，加入适量甲酸，调节溶液 pH 值约为 4.0，再次低温冷冻离心 5 min，收集上清液，待净化。

2.3.7 净化

净化方法同 1.2.1。

2.4 线性范围与检出限

按照国家标准要求折过色素对照品纯度后用水配制成 0.20、0.50、1.00、5.00、10.00、15.00、25.00、50.00 μg/mL 的系列浓度标准曲线，绘制以峰面积为纵坐标 Y、色素的含量 X（μg/mL）的坐标图，进行线性回归分析，回归方程如表 3。

2.5 回收率与精密度

对相同基质的空白样品进行不同含量的加标，样品进行前处理，上机测定，经计算得出不同加标回收率及相对标准偏差（表 4）。

表 3 10 种色素线性回归方程及检出限

Table 3 Linear equations and LODs of 10 synthetic colorants

名称	线性回归方程	相关系数 R^2	检出限/（mg/kg）
柠檬黄	$Y=2.63269\times10^4x-1.339369\times10^3$	0.9999	0.30
新红	$Y=1.979139\times10^4x-4.505035\times10^3$	0.9999	0.50
苋菜红	$Y=2.488375\times10^4x-5.754201\times10^3$	0.9999	0.30
靛蓝	$Y=2.713091\times10^4x+2.220728\times10^2$	0.9999	0.50
胭脂红	$Y=2.197941\times10^4x+1.221384\times10^3$	0.9999	0.30
日落黄	$Y=2.065768\times10^4x-5.984394\times10^2$	0.9999	0.50
诱惑红	$Y=1.628715\times10^4x-2.704559\times10^2$	0.9999	0.50
亮蓝	$Y=4.591618\times10^3x+6.289177\times10^2$	0.9993	1.00
酸性红	$Y=1.250531\times10^4x+2.605666\times10^3$	0.9998	0.50
赤藓红	$Y=1.309168\times10^4x+2.807997\times10^2$	0.9996	0.50

表 4 标准样品加标回收率及相对标准偏差

Table 4 Recoveries and RSDs of 10 synthetic colorants (n=6)

名称	标准样品加标量/(mg/kg)									
	0.2	0.5	1.5	5	10	0.2	0.5	1.5	5	10
	平均回收率/%					相对标准偏差/%				
柠檬黄	87.62	89.2	96.7	99.80	95.41	8.65	7.38	7.77	6.41	3.21
新红	77.60	83.25	90.42	95.21	95.82	7.47	7.71	8.35	1.46	3.50
苋菜红	85.33	88.82	91.28	93.75	98.61	6.83	6.83	5.42	3.31	3.23
靛蓝	72.11	79.80	77.80	76.88	86.55	5.30	9.41	8.60	2.90	2.40
胭脂红	88.73	92.41	93.81	99.72	102.40	6.41	3.25	4.02	3.54	0.72
日落黄	90.25	95.69	96.74	99.47	103.80	5.23	2.44	5.52	0.93	1.27
诱惑红	89.80	96.32	95.85	96.73	99.57	4.17	3.52	2.19	1.18	2.55
亮蓝	69.71	71.2	76.43	80.40	83.46	9.73	7.93	8.43	5.87	3.30
酸性红	78.47	80.41	82.32	88.63	87.71	8.81	8.21	7.93	6.10	4.12
赤藓红	77.30	80.06	87.10	86.91	90.42	7.33	7.70	6.85	5.02	4.03

表 5 样品中合成着色剂的测定结果

Table 5 Analytical results of samples

样品名称	色素名称	检测结果/（g/kg）	最大使用量/（g/kg）
配制酒	柠檬黄	0.0032	0.1
	日落黄	0.0014	0.1
	诱惑红	0.014	0.05
	苋菜红	0.0018	0.05
月饼	柠檬黄	0.0016	不得使用（考虑带入）
糖果	柠檬黄	0.025	0.3
	日落黄	0.013	0.1
	亮蓝	0.0067	0.3
蜜饯	苋菜红	0.22	0.05
	亮蓝	0.13	不得使用（果脯类）
	日落黄	0.26	0.1
	胭脂红	0.31	0.05
冰激凌	苋菜红	0.0052	0.025
绿茶	柠檬黄	0.084	不得使用

2.6 实际样本检测结果

对市售 6 种食品样品采用本方法检测十种合成着色剂，检测结果如表 5。

检测结果显示，市售 6 种食品种类中十种人工合成着色剂检出有 6 种，包括柠檬黄、日落黄、苋菜红、亮蓝、胭脂红、诱惑红，其中一批蜜饯检出 4 种色素，且均超出国家标准 GB 2760-2014 种规定的最大使用量，绿茶检出一种，超出最大使用量，月饼中柠檬黄有检出，判定时应考虑其馅料的带入原则，其余 3 种食品色素也有检出，均在国家限量范围内添加。

3 结论

本文建立了一种高效的多种食品基质人工合成着色剂检测方法，并对方法的实用性进行了研究。在现有国标的基础上，优化了样品前处理过程，采用 ProElut PWA-2 150 mg/6 mL 小柱进行样品净化处理，简化前处理过程，节约时间。采用梯度洗脱的方法，使食品中十种人工合成着色剂实现良好的基线分离，减少分离分析的时间，灵敏度高，定性、定量结果可靠，满足实验所需，具有较高的实际应用价值。

参考文献

[1] 邹志飞,蒲民,李建军,等.各国(地区)食用色素的使用现况与比对分析[J].中国食品卫生杂志,2010,22(2):112-121
ZOU Zhi-fei, PU Min, LI Jian-jun, et al. Usage status and

comparison analysis of the food colour in some countries (regions) [J]. Chinese Journal of Food Hygiene, 2010, 22(2): 112-121

[2] 陈彦凤,肖白曼,孙艳芳,等.固相萃取-高效液相色谱法测定肉制品中合成着色剂的含量[J].中国食品卫生杂志,2013, 25(5):428-430

CHEN Yan-feng, XIAO Bai-man, SUN Yan-fang, et al. Determination of synthetic colorants in meat products by SPE-HPLC [J]. Chinese Journal of Food Hygiene, 2013, 25(5): 428-430

[3] 曹小妹,宋合兴,高文惠.高效液相色谱法检测饲料中的着色剂[J].中国饲料,2012,14:37-39

CAO Xiao-mei, SONG He-xing, GAO Wen-hui. Determination of colorants in feed by high performance liquid chromatography [J]. China Feed, 2012, 14: 37-39

[4] 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 Xiao-qian, LIU Su-hua, CAO Xiao-li. Simultaneous analysis of five kinds of synthetic colorants in meat products by SPE-UPLC [J]. Food and Drug, 2015, 17(4): 259-262

[5] Sarikaya R, Selvi M, Erko F. Evaluation of potential genotoxicity of five food dyes using the somatic mutation and recombination test [J]. Chemosphere, 2012, 88(8): 974-979

[6] GB2760-2014,食品添加剂使用标准[S]

GB2760-2014, Standards for the Use of Food Additives [S]

[7] 陈欣欣,谢娅黎,肖汉,等.超高效液相色谱快速检测葡萄酒中 5 种合成着色剂[J].现代食品科技,2009,25(9):1099-1100

CHEN Xin-xin, XIE Ya-li, XIAO Han, et al. Simultaneous determination of synthetic colorants in wine by ultra performance liquid chromatography [J]. Modern Food Science and Technology, 2009, 25(9): 1099-1100

[8] 张念洁,吴信子,姜旭.高效液相色谱法同时测定人参中多菌灵和甲基硫菌灵农药残留的含量[J].现代食品科技,2013, 29(4):907-910

ZHANG Nian-jie, WU Xin-zi, JIANG Xu. Simultaneous determination of residual carbendazimin and thiophanate-methyl in ginseng by high performance liquid chromatography [J]. Modern Food Science and Technology, 2013,29(4):907-910

[9] 李婷婷,任丽琨,王当丰,等.食品中嘌呤含量分布及其高效液相色谱检测研究进展[J].现代食品科技,2018,34(5):257-266

LI Ting-ting, REN Li-kun, WANG Dang-feng, et al. Purine content distribution in foods and purine determination by HPLC: A review [J]. Modern Food Science and Technology, 2018, 34(5)5: 257-266

[10] 黎路,黄晓晶.食品中着色剂的检测方法研究进展[J].食品安全质量检测学报,2014,1:142-147

LI Lu, HUANG Xiao-jing. Research progress on the detection method of food colorant [J]. Journal of Food Safety and Quality, 2014, 1: 142-147

[11] 张帅,刘飞,罗珍,等.高效液相色谱法测定钙片中酪蛋白磷酸肽的含量[J].现代食品科技,2014,30(7):258-262

ZHANG Shuai, LIU Fei, LUO Zhen, et al. Determination of casein phosphopeptides in calcium tablets by high performance liquid chromatography [J]. Modern Food Science and Technology, 2014, 30(7): 258-262

[12] 徐艳群,罗自生,徐庭巧,等.免疫亲和柱净化-大体积流通池高效液相色谱法同时检测食品中 6 种黄曲霉毒素[J].现代食品科技,2015,31(10):301-306

XU Yan-qun, LUO Zi-sheng, XU Ting-qiao, et al. Simultaneous determination of six aflatoxins in food by immunoaffinity purification-high performance liquid chromatography combined with a large volume flow cell [J]. Modern Food Science and Technology, 2015, 31(10): 301-306

现代食品科技