

LC-MS/MS法快速检测植物源性食品中11种工业染色剂

Rapid application of LC-MS/MS method for the detection of 11 industrial dyes in plant-based foods

刘青¹, 黄文杰², 杨总¹, 刘冰洁¹

Liu Qing¹, ZhangQiang², Yang Zong¹, Liu Bingjie¹, Guo Lihai¹

¹ SCIEX Application Support Center, China;

² 江西华星检测有限公司;

Key words: alkaline bright yellow; industrial dyes; plant-based foods; LC-MS/MS;

类食品等多种复杂基质, 具有重要的实际应用价值;

引言

工业染色剂 (industrial dyes) 因显色能力强、成本低, 常被非法添加至植物性食品中, 存在潜在的致癌风险。我国《BJS 202204豆制品中碱性嫩黄等11种工业染料的测定》标准明确要求的这类禁用物质进行快速筛查。目前检测的主要难点在于染色剂极性差异大, 色谱分离条件需优化, 且复杂基质干扰严重。LC-MS/MS技术凭借其高灵敏度和多组分同步检测能力, 成为解决上述问题的关键技术。

本实验采用乙腈提取结合梯度洗脱的方法, 实现了目标染色剂的快速筛查, 回收率稳定在94.32-104.35%之间, 为打击食品中非法添加染色剂提供了有力的技术支撑。

该方法具有以下优势与特点:

- 1. 前处理简单:** 通过优化净化方式, 有效提高了目标物的回收率;
- 2. 仪器方法稳定:** 通过详细优化色谱条件, 改善了峰形, 增加了保留时间的稳定性, 从而提高了方法的耐用性;
- 3. 灵敏度高:** 方法的检出灵敏度远低于标准规定的检出限, 能够充分满足检测需求;
- 4. 适用性强:** 经过多次验证, 该方法已成功应用于豆制品、植物

实验方法

1. 样品前处理

1.1 提取

蔬菜、水果、豆制品: 准确称取样品1g (精确至0.001g) 置于15 mL具塞离心管中, 加无水硫酸钠2.0 g, 准确加入5 mL乙腈, 涡旋混匀1 min, 超声20 min (超声10 min后取出涡旋混匀1 min), 冷却至室温后, 8000 r/min离心10 min, 取上清液待净化。

1.2 净化

取待净化的上清液1.5 mL于离心管中, 涡旋振荡1min, 8000 r/min离心, 取上清液, 过0.22 μm微孔滤膜, 供高效液相色谱-串联质谱仪测定。

2. 仪器条件

2.1 液相条件

色谱柱: Phenomenex Kinetex C18 (100 × 2.1 mm, 2.6 μm)

流动相: A: 0.1%甲酸水溶液;

B: 乙腈

流速: 0.3 mL/min; 柱温: 40℃

梯度: 洗脱程序见表1。

表1. 液相洗脱梯度

Time (min)	A (%)	B (%)
0.0	95	5
1.0	50	50
3.0	50	50
4.0	5	95
5.5	5	95
5.6	95	5
7.0	95	5

2.2 质谱条件

离子源：电喷雾离子源；
离子扫描模式：负离子模式（ESI-）；
扫描方式：多反应监测（MRM）模式；
离子源温度：500℃；气帘气：40 psi；
离子化电压：-4500 V；碰撞气：8 psi；
雾化气（GS1）：50psi；辅助加热器（GS2）：60 psi；
具体MRM离子对参数见表2。

表2 11种染色剂MRM离子对参数

化合物	英文ID	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	去簇电压 (V)	碰撞能量 (eV)
分散橙 21-1	Disperse Orange 21-1	315	270	30	40
分散橙 21-2	Disperse Orange 21-2	315	300	30	25
苏丹橙-1	Sudan Orange-1	215	93	55	42
苏丹橙-2	Sudan Orange-2	215	20	55	26
二甲基磺-1	Dimethyl sulfonate-1	226	77.1	56	31
二甲基磺-2	Dimethyl sulfonate-2	226	299	56	42
分散橙11-1	Disperse Orange 11-1	238.1	165.2	76	45
分散橙11-2	Disperse Orange 11-2	238.1	167.2	76	47
分散橙3-1	Disperse Orange 3-1	243.1	150.1	41	21
分散橙3-2	Disperse Orange 3-2	243.1	92.1	41	35
二乙基黄-1	Diethyl yellow-1	254	74	53	31
二乙基黄-2	Diethyl yellow-2	254	154	53	34
碱性嫩黄-1	Basic bright yellow-1	268.2	107	49	38
碱性嫩黄-2	Basic bright yellow-2	268.2	147.2	49	38
分散黄3-1	Disperse Yellow 3-1	270.1	107	46	37
分散黄3-2	Disperse Yellow 3-2	270.1	108.2	46	41
分散橙1-1	Disperse Orange 1-1	319.1	169.3	61	33
分散橙1-2	Disperse Orange 1-2	319.1	181	61	47
碱性橙22-1	Basic Orange 22-1	391.1	376.1	250	37
碱性橙22-2	Basic Orange 22-2	391.1	220.1	250	34
分散橙37-1	Disperse Orange 37-1	392	351.1	51	27
分散橙37-2	Disperse Orange 37-2	392	133.1	51	51

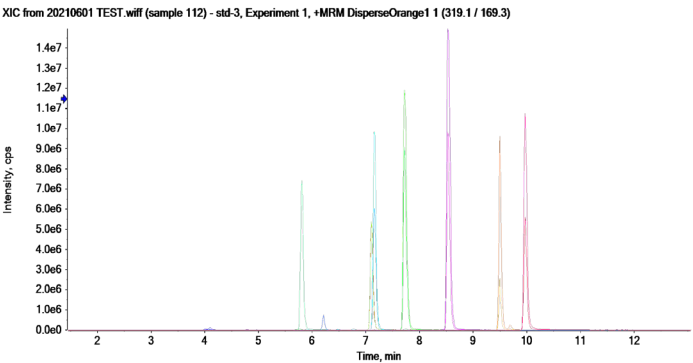


图1. 11种染色剂的提取离子流图

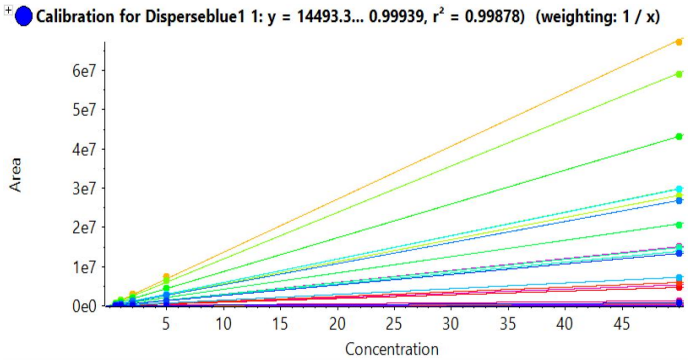


图2. 11种染色剂线性回归曲线

2.3 方法学考察

实验结果表明：本方法准确度高、稳定性好。如图2所示，基质加标曲线的相关系数（*r*）大于0.995，线性关系良好，所有指标均优于标准要求，完全满足定量检测的要求。

采用前述前处理方法，在不同空白基质中分别添加1倍、2倍和5倍定量限（LOQ）的标品进行实验。在此条件下，方法的准确度在94.32-104.35%之间，相对标准偏差（RSD）小于1.74%（*n*=6）（见表3）。

表3. 回收率及重复性实验（*n*=6）

基质名称	添加浓度 (µg/kg)	平均回收率 (%)	相对标准偏差 (%)
榴莲	1	102.24	1.54
	2	94.32	1.42
	10	99.45	1.45
香蕉	1	103.20	0.78
	2	98.83	1.23
	10	95.53	1.45
腐竹	1	104.35	1.74
	2	96.12	1.37
	10	98.72	1.39

小结

本文建立了基于高效液相色谱-串联三重四极杆质谱技术的快速定量分析方法，并对多种水果基质及腐竹基质进行了广泛验证，确保了实验结果的有效性与定量准确性，对于植物源性食品的检测分析具有重要的参考价值。

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2025 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. MKT-36692-A



SCIEX中国
北京分公司
北京市昌平区生命科学园科学园路
18号院A座一层
电话：010-5808-1388
传真：010-5808-1390
全国咨询电话：800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心
上海市长宁区福泉北路518号
1座502室
电话：021-2419-7201
传真：021-2419-7333
官网：sciex.com.cn

广州办公室
广州国际生物岛星岛环北路1号
B2栋501、502单元
电话：020-8842-4017
官方微信：[SCIEX-China](#)