ICS
CCS 点击此处添加 CCS 号

T/

团 体 标 准

T/GDFDTAEC XXXX—XXXX

食品中禁用水溶性合成色素的测定

Determination of prohibited water-soluble synthetic colour in food

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX－XX－XX 发布　　XXXX－XX－XX 实施

广东省食品药品评审认证技术协会　　发 布

目　　次

前言 II
1　范围 1
2　规范性引用文件 1
3　术语和定义 1
4　方法原理 1
5　试剂和材料 1
6　仪器和设备 2
7　分析步骤 2
7.1　试样制备 2
7.2　试样提取 2
7.3　仪器参考条件 2
7.4　测定法 3
7.5　空白试验 3
8　结果计算和表述 3
9　精密度 3
10　其他 4
附录A（规范性）　禁用水溶性合成色素的母离子、子离子、去簇电压、碰撞能量、保留时间和检出限 5
附录B（资料性）　禁用水溶性合成色素的英文中文名称对照索引 6
附录C（资料性）　禁用水溶性合成色素定量离子提取流图 8

前　　言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则　第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由广州市食品检验所、广州汇标检测技术中心提出。
本文件由广东省食品药品评审认证技术协会归口。
本文件起草单位：
本文件主要起草人：

食品中禁用水溶性合成色素的测定

1 范围

本标准规定了食品中32种禁用水溶性合成色素（见附录A）的液相色谱-串联质谱检测方法。

本标准适用于饮料、糖果、调味酱、豆制品、熟肉等食品中32种禁用水溶性合成色素的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 33087 仪器分析用高纯水规格及试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法原理

试样经甲醇或5%氨水-甲醇溶液提取，提取液经氮吹置换溶剂后，经C18萃取小管净化，利用液相色谱-串联质谱仪测定，外标法定量。

5 试剂和材料

除另有说明，本实验使用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682中规定的一级水或GB/T 33087中规定的高纯水。

5.1 甲醇（CH_4O）：色谱纯。

5.2 乙酸铵（CH_3COONH_4）：色谱纯。

5.3 十八烷基硅烷键合硅胶（C18 材料）：粒径 40~60 μm。

5.4 氨水（$NH_3 \cdot H_2O$）：含量 20%~25%

5.5 5%氨水-甲醇溶液：移取 5.00ml 氨水于 100ml 容量瓶中，甲醇定容。

5.6 10%甲醇水溶液：移取 10ml 甲醇于 100ml 容量瓶中，水定容。

5.7 标准品：色素标准品见附录 B，纯度≥95%，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.8 标准溶液配制

5.8.1 标准储备溶液（1000mg/L）：分别准确称取经折算相当于 50mg（精确到 0.1mg）的色素标准品，置 50mL 容量瓶中，用甲醇定容到刻度。

5.8.2 混合标准储备液 A 组（10mg/L）：根据附录 A 化合物的浓度分组，准确移取 1.00mL 的 A 组色素单标储备溶液于 100mL 容量瓶中，用甲醇定容到刻度。

5.8.3 混合标准储备液 B 组（100mg/L）：根据附录 A 化合物的浓度分组，准确移取 1.00mL 的 A 组色素单标储备溶液于 10mL 容量瓶中，用甲醇定容到刻度。

5.8.4 混合标准中间液 A 组（1mg/L）：准确移取 1.00mL 混合标准储备液 A 组于 10mL 容量瓶中，用甲醇定容到刻度。

5.8.5 混合标准中间液 B 组（10mg/L）：准确移取 1.00mL 混合标准储备液 B 组于 10mL 容量瓶中，用

甲醇定容到刻度。

5.8.6 混合标准工作溶液：根据需要，用 10%甲醇水溶液将混合标准中间液稀释成所需的标准工作溶液。

6 仪器和设备

6.1 液相色谱-串联质谱仪（LC-MS/MS）：配有电喷雾电离源（ESI）。

6.2 分析天平：感量为 0.1mg、0.01mg。

6.3 离心机：转速不低于 8000r/min。

6.4 超声波清洗器。

6.5 氮吹仪。

7 分析步骤

7.1 试样制备

碳酸类饮料加热或超声去除二氧化碳。豆制品、熟肉类食物等粉碎机搅碎混匀。

7.2 试样提取

7.2.1 固体、半固体试样

糖果：称取2.00g（准确至0.01g）于小烧杯中，加入5ml甲醇，微热溶解后，溶液转移至10ml比色管，用甲醇多次洗涤烧杯，洗液合并至比色管，然后定容至刻度。准确移取2.00mL至含有50mgC18材料的净化管中，涡旋1min，在8000r/min下离心5min。取1mL上清液用水稀释至10mL，过0.22μmPTFE滤膜，待测。

其他：称取2.00g（准确至0.01g）试样于50mL离心管中，加入10mL5%氨水-甲醇溶液，超声5min，在8000r/min下离心5min，重复提取一遍，合并上清液。准确移取2.00mL上清液于氮吹仪上氮吹至干，用2.00mL甲醇复溶，转移至含有50mgC18材料的净化管中，涡旋1min，在8000r/min下离心5min。取1mL上清液用水稀释至10mL，过0.22μmPTFE滤膜，待测。

7.2.2 液体试样

称取液体样品1.00g（准确至0.01g）于10mL比色管，用甲醇定容至刻度。准确移取2.00mL至含有50mgC18材料的净化管中，涡旋1min，在8000r/min下离心5min。取1mL上清液用水稀释至10mL，过0.22μmPTFE滤膜，待测。

每个样品做2个平行测试，同时做空白测试。

7.3 仪器参考条件

7.3.1 液相色谱参考条件

a) 色谱柱：C18 柱，100mm×2.1mm，1.8μm，或同等性能的色谱柱；
b) 流动相：A 为 5mmol/L 乙酸铵水溶液，B 为甲醇；梯度洗脱条件见表 1；
c) 柱温：40℃；
d) 进样量：2μL；
e) 流速：0.4mL/min。

表 1 液相色谱梯度洗脱条件

时间（min）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
0.00	98	2
1.00	98	2
15.00	5	95
18.00	5	95

21.00	98	2

7.3.2 质谱参考条件

a) 离子源类型：电喷雾电离源（ESI）；
b) 扫描方式：负离子电离模式；
c) 检测方式：多反应监测 MRM；
d) 毛细管电压：-2.5kV；
e) 离子源温度：150℃；
f) 脱溶剂气温度：500℃
g) 脱溶剂气流速：1000L/h；
h) 锥孔气流速：150L/h；
i) 定性离子对、定量离子对、去簇电压和碰撞能量参见附录 A。

7.4 测定法

7.4.1 定性测定

在同样测试条件下，试样溶液中禁用水溶性合成色素的保留时间与标准溶液相应峰的保留时间相对偏差在±25%以内，且检测到的相对离子丰度，应当与浓度相当的标准溶液相对丰度一致。其允许偏差应符合表2的要求。

表 2 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度/%	＞50	20～50	10～20	≤10
允许相对偏差/%	±20	±25	±30	±50

7.4.2 定量测定

取试样溶液和相应的标准溶液，作单点或多点校准，以特征离子质量色谱峰面积定量，按外标法计算。标准工作液及试样溶液中的禁用水溶性合成色素响应值均应在仪器检测的线性范围内。在上述色谱-质谱条件下，标准溶液特征离子质量色谱图见附录B。

7.5 空白试验

取空白试样，除不加标准溶液外，采用相同的测定步骤进行平行操作。

8 结果计算和表述

试样中各色素含量按式（1）计算：

$$X = \frac{C_s \times A \times V}{m \times A_s \times 1000} \quad \cdots\cdots (1)$$

式中：
X—样品中相应的色素含量的数值，单位为毫克每千克（mg/kg）；
C_S—标准溶液中相应色素浓度的数值，单位为纳克每毫升（ng/mL）；
A—样品溶液中相应的色素峰面积；
A_S—标准溶液中相应的色素峰面积；
V—样品定容体积，单位为毫升（mL）；
m—样品质量的数值，单位为克（g）。
计算结果保留2位有效数字。

9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的20%。

10 其他

本方法禁用水溶性合成色素的检出限为0.3mg/kg（A组化合物）、3.0mg/kg（B组化合物）。

附 录 A
（规范性）
禁用水溶性合成色素的母离子、子离子、去簇电压、碰撞能量、保留时间和检出限

禁用水溶性合成色素的母离子、子离子、去簇电压、碰撞能量、保留时间和检出限见表A.1。

表 A.1 禁用水溶性合成色素的母离子、子离子、去簇电压、碰撞能量、保留时间和检出限

序号	中文名称	英文名称	标准溶液浓度分组	母离子(m/z)	定量离子(m/z)	定性离子(m/z)	去簇电压(V)	定量离子碰撞电压(V)	定性离子碰撞电压(V)	保留时间(min)	检出限(mg/kg)
1	酸性红 1	Acid red 1	A 组	231.4	179.2	158.1	30	10	15	6.10	0.3
2	酸性红 73	Acid red 73	A 组	255.0	150.7	241.3	10	10	10	9.02	0.3
3	酸性橙 II	Acid orange II	A 组	327.0	171.2	156.2	30	30	30	9.53	0.3
4	橙黄 IV	Acid orange IV	A 组	352.0	156.2	79.9	20	30	45	9.96	0.3
5	甲基橙	Methyl Orange	A 组	303.9	156.2	288.2	30	30	30	8.75	0.3
6	酸性红 52	Acid Red 52	A 组	557.1	433.0	80.0	20	45	40	9.56	0.3
7	酸性红 87	Acid Red 87	A 组	642.7	518.6	440.9	10	25	30	9.34	0.3
8	酸性红 265	Acid Red 265	A 组	294.6	157.2*	235.2	10	15	10	8.97	0.3
9	铬变素 2B	Chromotrope 2B	A 组	233.3	158.6	126.7	20	20	15	6.09	0.3
10	铬变素 2R	Chromotrope 2R	A 组	211.2	158.6	80.0	10	15	25	5.91	0.3
11	酸性红 26	Acid Red 26	A 组	216.8	150.5*	143.1	20	15	15	7.61	0.3
12	酸性橙 20	Acid Orange 20	A 组	326.9	171.2	247.2	40	25	20	8.28	0.3
13	二甲苯青 FF	Xylene Cyanol FF	A 组	515.1	435.1	406.1	50	30	35	8.38	0.3
14	酸性蓝 3	Acid Blue 3	A 组	559.1	479.0	435.0	20	30	45	9.53	0.3
15	酸性紫 34	Acid Violet 34	B 组	577.1	496.9	417.1	40	25	40	10.97	3.0
16	酸性黄 36	Acid yellow 36	A 组	352.0	156.2	79.7	40	25	45	10.25	0.3
17	酸性橙 10	Acid orange 10	A 组	202.9	150.6	145.1	10	10	30	5.10	0.3
18	胭脂红 SX	Ponceau SX	A 组	217.1	170.2	80.0	30	15	20	8.16	0.3
19	酸性紫 9	Acid Violet 9	A 组	589.2	185.2	544.1	50	40	40	10.80	0.3
20	坚牢绿	Food green 3	A 组	381.3	170.2	340.9	10	40	15	7.95	0.3
21	丽春红 3R	Ponceau 3R	A 组	224.0	136.7	150.2	30	20	15	8.31	0.3
22	滂酰紫 6R	Pontacyl Violet 6R	A 组	235.7	158.6	126.7	40	10	20	8.28	0.3
23	荧光素钠	Uranine	A 组	331.1	286.4	285.2	40	20	35	8.23	0.3
24	滂酰洋红 2B	Pontacyl Carmine 2B	A 组	246.4	179.1	158.1	10	15	20	6.85	0.3
25	酸性黄 11	Acid Yellow 11	A 组	357.0	237.2	207.8	20	20	35	10.19	0.3
26	酸性橙 8	Acid Orange 8	A 组	341.0	185.2	169.8	40	20	35	10.18	0.3
27	酸性红 71	Acid Red 71	A 组	269.1	136.7	209.8	20	25	15	10.49	0.3
28	酸性蓝 7	Acid Blue 7	B 组	667.3	560.9	481.0	10	40	40	10.25	3.0
29	酸性蓝 62	Acid Blue 62	B 组	399.1	316.1	225.1	50	35	45	11.47	3.0
30	酸性紫 7	Acid Violet 7	A 组	259.9	178.9*	158.2	30	13	15	5.72	0.3
31	酸性蓝 41	Acid blue 41	B 组	464.1	370.1	400.0	50	45	35	10.85	3.0
32	酸性兰 27	Acid blue 27	B 组	421.1	80.0	341.1	30	35	25	11.03	3.0

附 录 B
（资料性）
禁用水溶性合成色素的英文中文名称对照索引

禁用水溶性合成色素的中英文名称对照索引（按英文字母顺序），见表B.1。

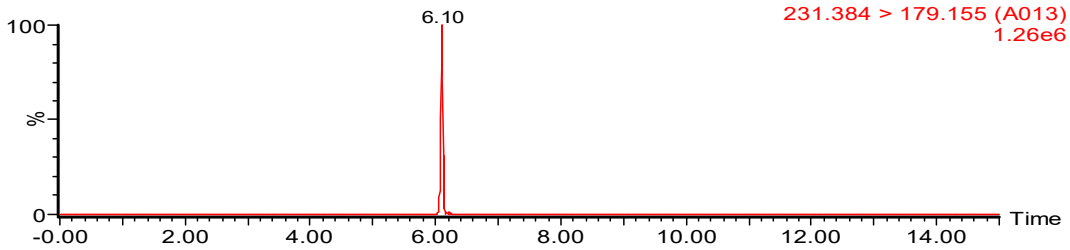
表 B.1 禁用水溶性合成色素的中英文名称对照索引（按英文字母顺序）

序号	附录 A 中的序号	中文名	英文名	CAS 号	分子式
1	32	酸性兰 27	Acid blue 27	6408-51-1	C22H17N2NaO5S
2	14	酸性蓝 3	Acid Blue 3	20262-76-4	C27H31N2NaO7S2
3	31	酸性蓝 41	Acid blue 41	2666-17-3	C23H18N3NaO6S
4	29	酸性蓝 62	Acid Blue 62	4368-56-3	C20H20N2O5S
5	28	酸性蓝 7	Acid Blue 7	3486-30-4	C37H35N2NaO6S2
6	17	酸性橙 10	Acid orange 10	1936-15-8	C16H10N2Na2O7S2
7	12	酸性橙 20	Acid Orange 20	523-44-4	C16H11N2NaO4S
8	26	酸性橙 8	Acid Orange 8	5850-86-2	C17H13N2NaO4S
9	3	酸性橙 II	Acid orange II	633-96-5	C16H11N2NaO4S
10	4	橙黄 IV	Acid orange IV	554-73-4	C18H14N3NaO3S
11	1	酸性红 1	Acid red 1	3734-67-6	C18H13N3Na2O8S2
12	11	酸性红 26	Acid Red 26	3761-53-3	C18H14N2Na2O7S2
13	8	酸性红 265	Acid Red 265	6358-43-6	C24H19N3Na2O9S3
14	6	酸性红 52	Acid Red 52	3520-42-1	C27H29N2NaO7S2
15	27	酸性红 71	Acid Red 71	6226-76-2	C24H18N4Na2O7S2
16	2	酸性红 73	Acid red 73	5413-75-2	C22H14N4Na2O7S2
17	7	酸性红 87	Acid Red 87	17372-87-1	C20H6Br4Na2O5
18	15	酸性紫 34	Acid Violet 34	6408-63-5	C28H20N2Na2O8S2
19	30	酸性紫 7	Acid Violet 7	4321-69-1	C20H16N4Na2O9S2
20	19	酸性紫 9	Acid Violet 9	6252-76-2	C34H25N2NaO6S
21	25	酸性黄 11	Acid Yellow 11	6359-82-6	C16H13N4NaO4S
22	16	酸性黄 36	Acid yellow 36	587-98-4	C18H14N3NaO3S
23	9	铬变素 2B	Chromotrope 2B	548-80-1	C16H9N3Na2O10S2
24	10	铬变素 2R	Chromotrope 2R	4197-07-3	C16H10N2Na2O8S2
25	20	坚牢绿	Food green 3	2353-45-9	C37H34N2O10S3Na2
26	5	甲基橙	Methyl Orange	547-58-0	C14H14N3NaO3S
27	21	丽春红 3R	Ponceau 3R	3564-09-8	C19H16N2Na2O7S2
28	18	胭脂红 SX	Ponceau SX	4548-53-2	C18H14N2Na2O7S2
29	24	滂酰洋红 2B	Pontacyl Carmine 2B	6625-46-3	C19H15N3Na2O9S2

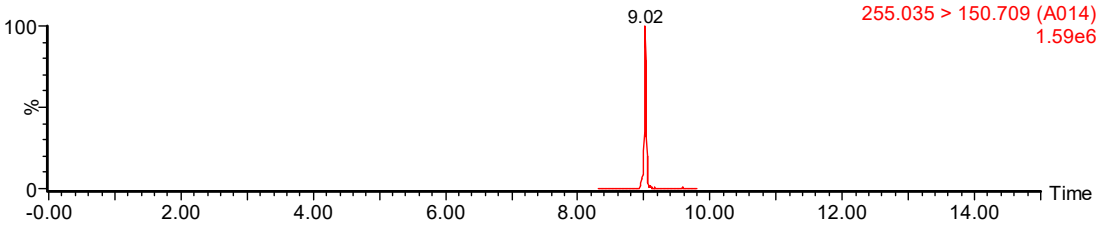
序号	附录 A 中的序号	中文名	英文名	CAS 号	分子式
30	22	滂酰紫 6R	Pontacyl Violet 6R	5850-63-5	C20H12N2Na2O8S2
31	23	荧光素钠	Uranine	518-47-8	C20H10Na2O5
32	13	二甲苯青 FF	Xylene Cyanol FF	2650-17-1	C25H27N2NaO6S2

附　录　C
（资料性）
禁用水溶性合成色素定量离子提取流图

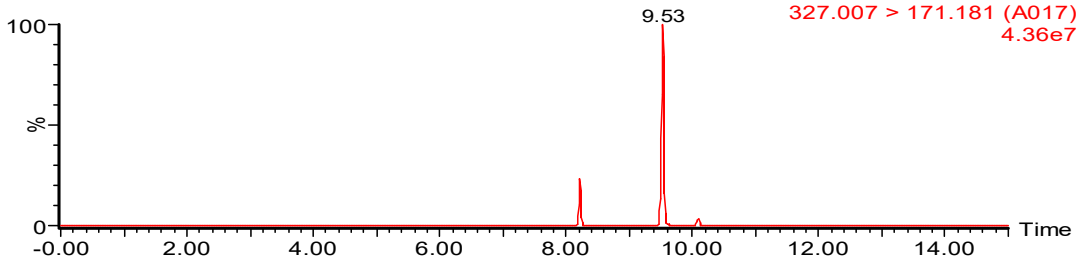
禁用水溶性合成色素定量离子提取流图（A组：100ng/mL；B组：1000ng/mL），见图C.1。



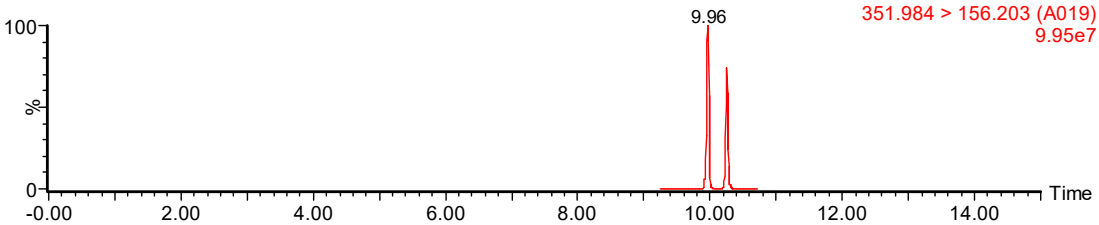
1. 酸性红 1



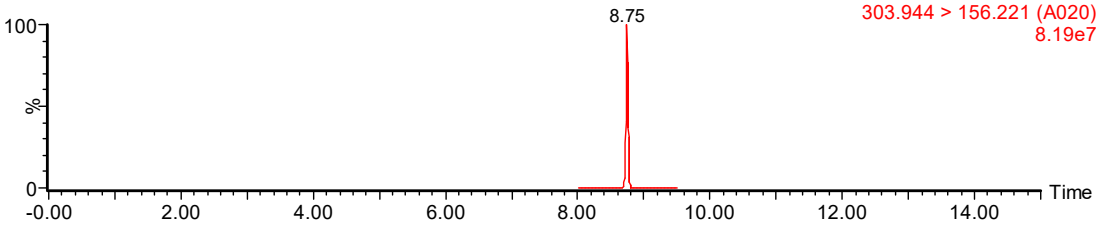
2. 酸性红 73



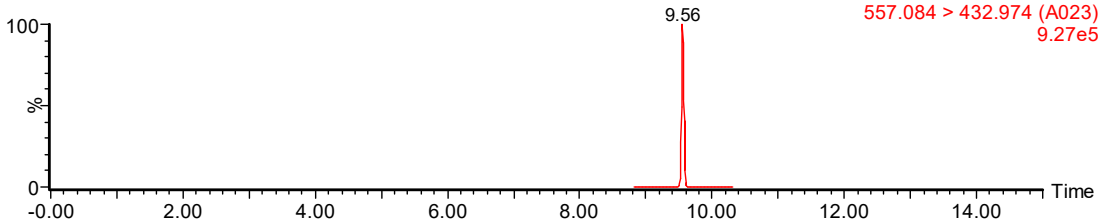
3. 酸性橙 II



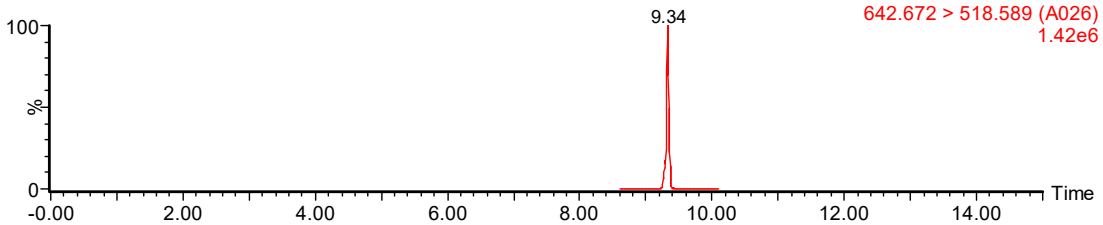
4. 橙黄 IV



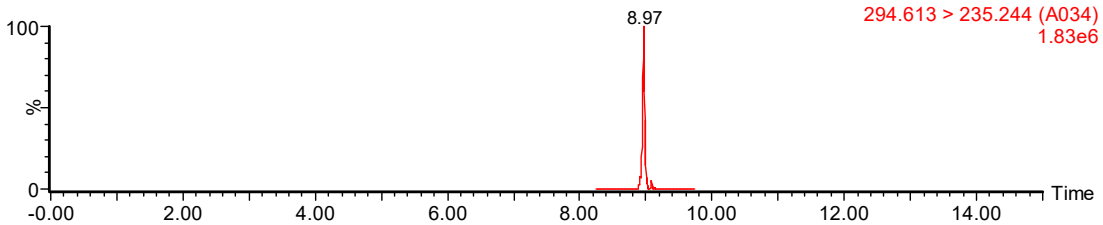
5. 甲基橙



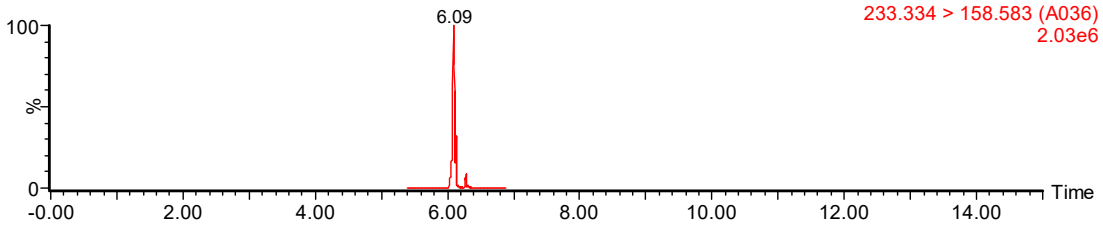
6. 酸性红 52



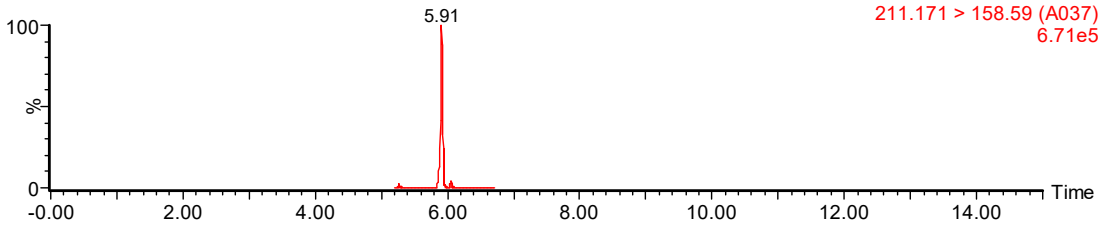
7. 酸性红 87



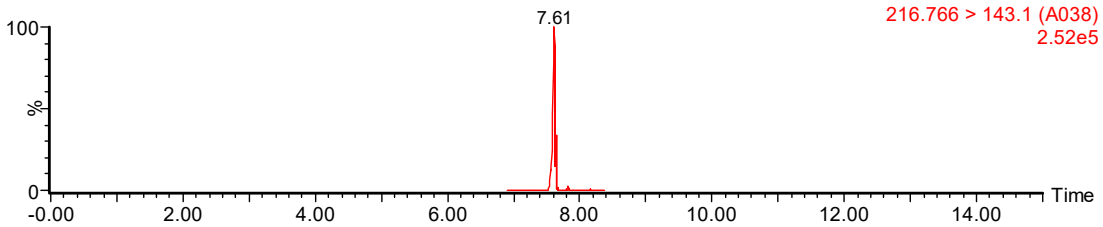
8. 酸性红 265



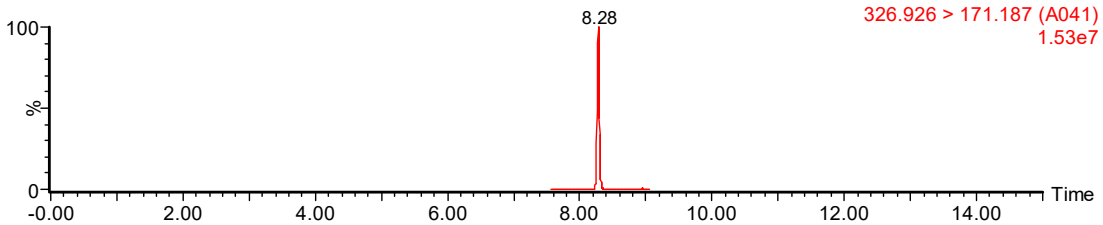
9. 铬变素 2B



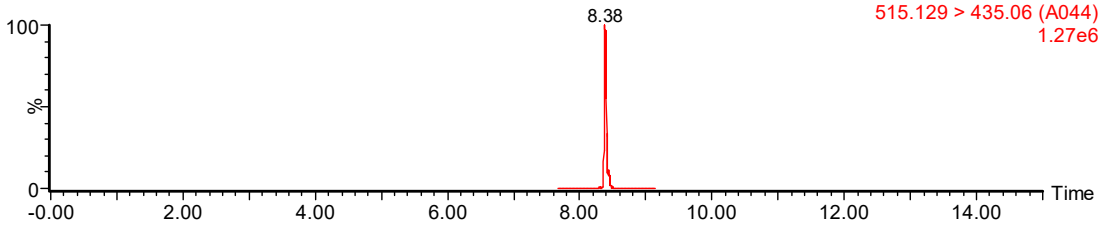
10. 铬变素 2R



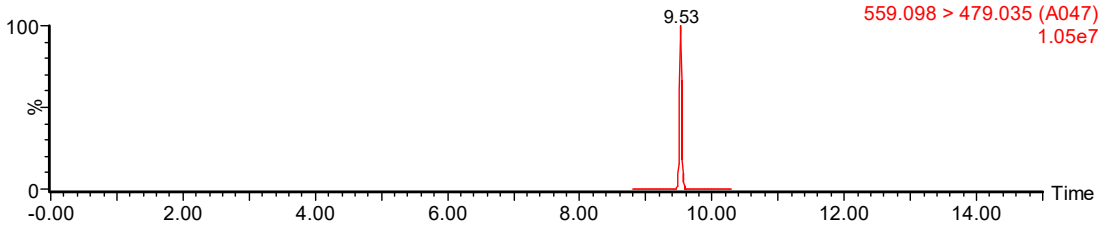
11. 酸性红 26



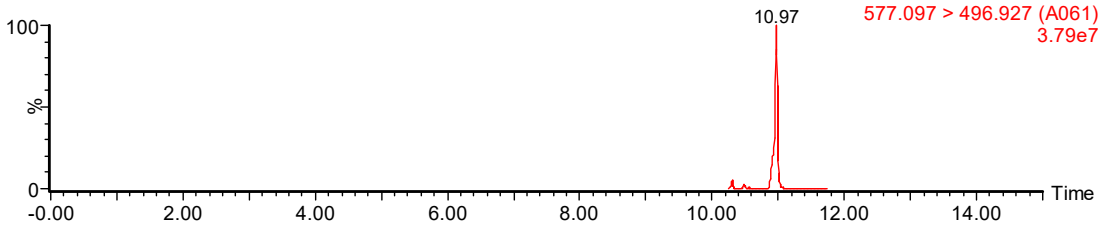
12. 酸性橙 20



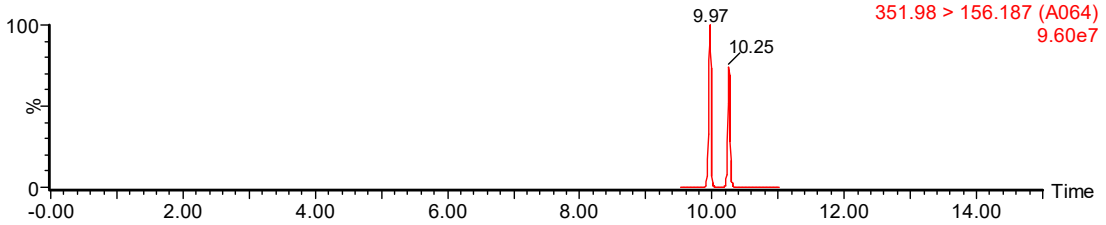
13. 二甲苯青 FF



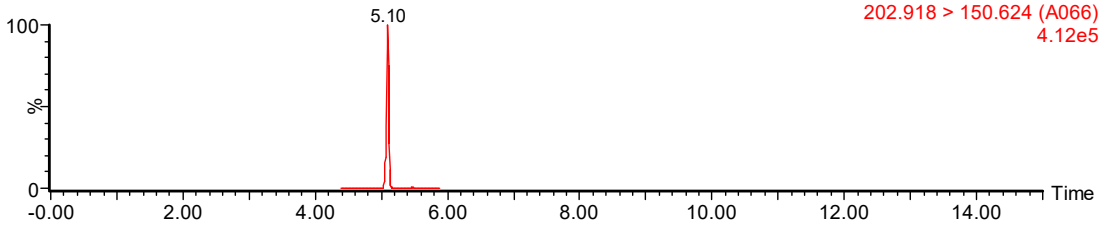
14. 酸性蓝 3



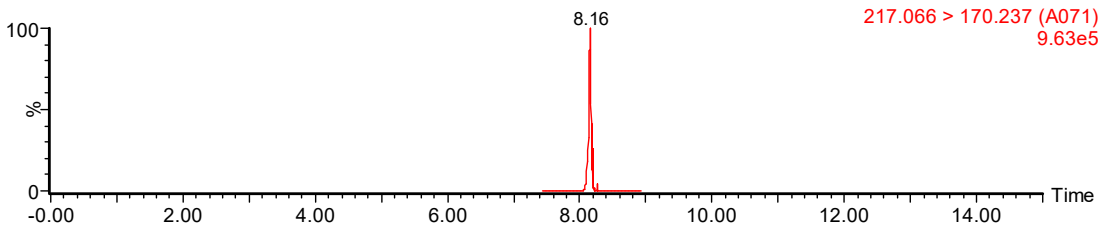
15. 酸性紫 34



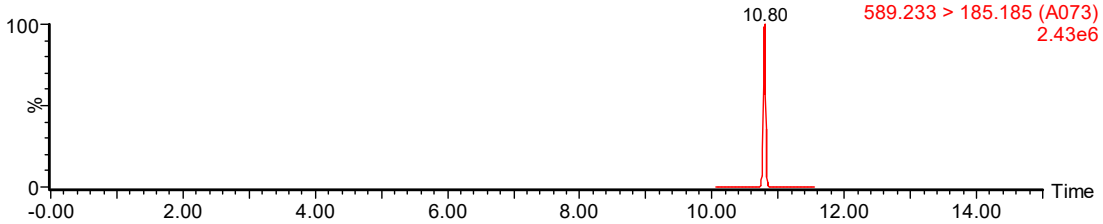
16. 酸性黄 36



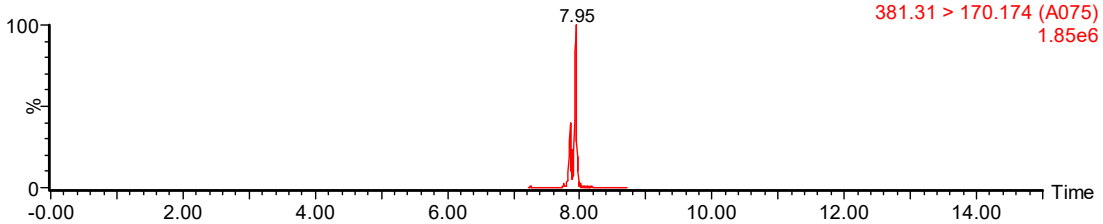
17. 酸性橙 10



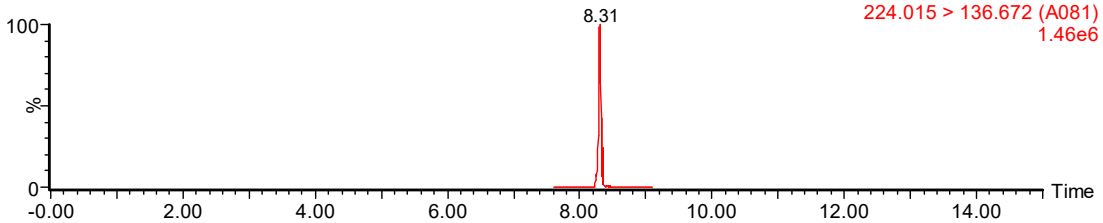
18. 胭脂红 SX



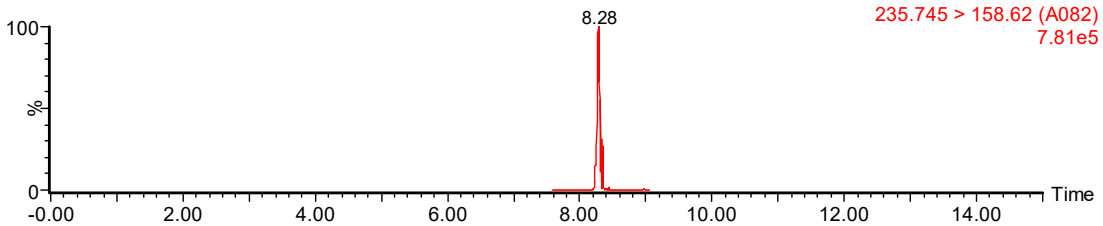
19. 酸性紫 9



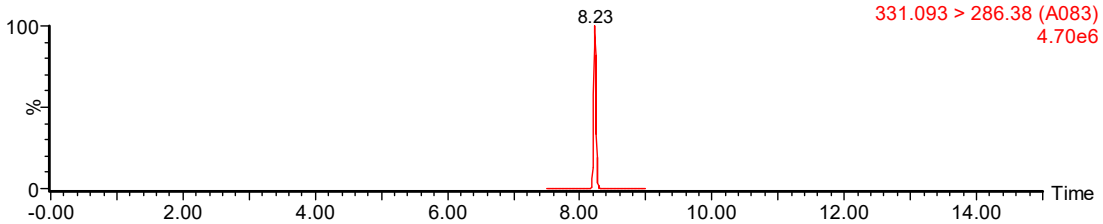
20. 坚牢绿



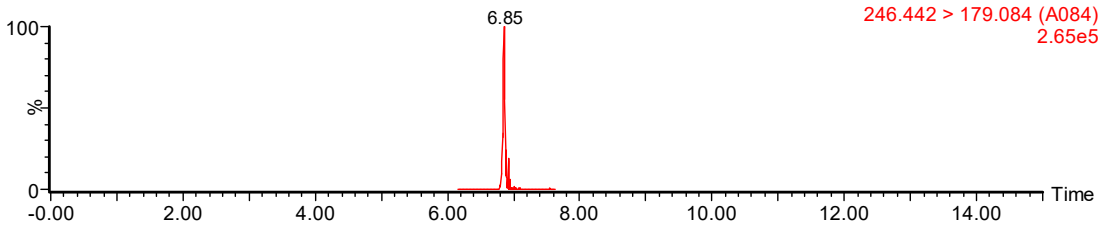
21. 丽春红 3R



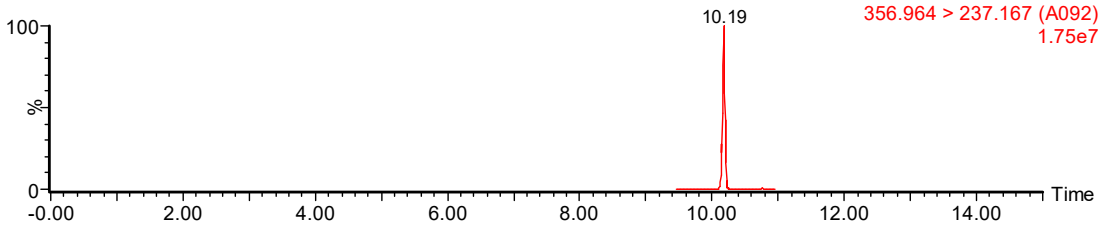
22. 滂酰紫 6R



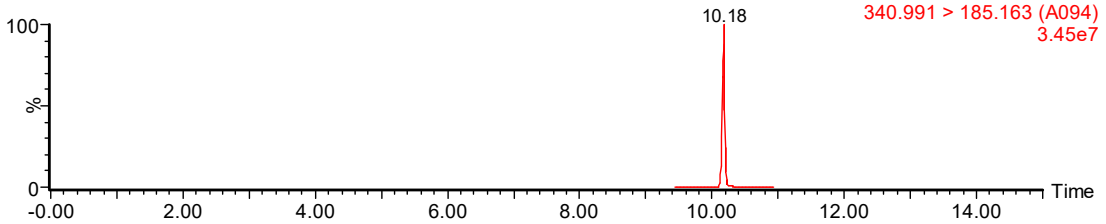
23. 荧光素钠



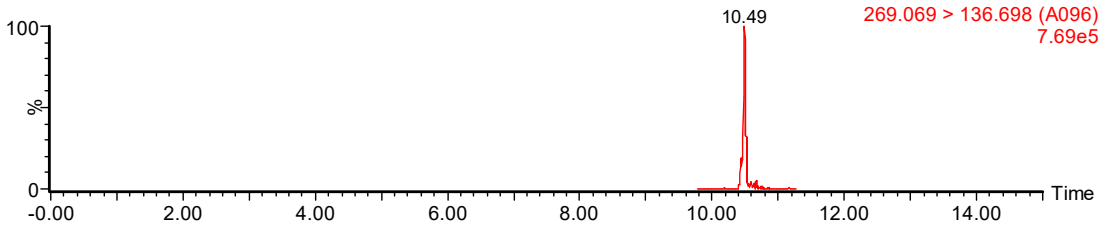
24. 滂酰洋红 2B



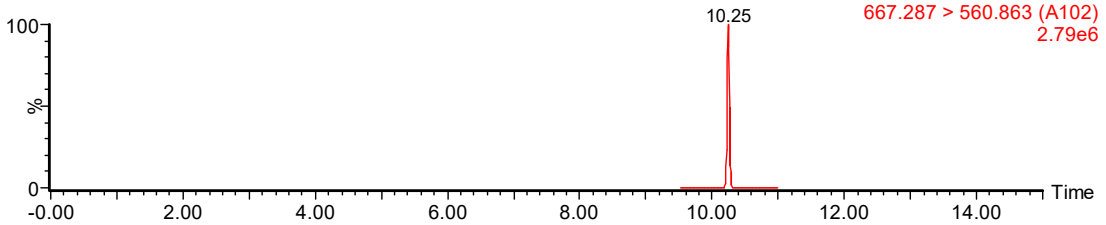
25. 酸性黄 11



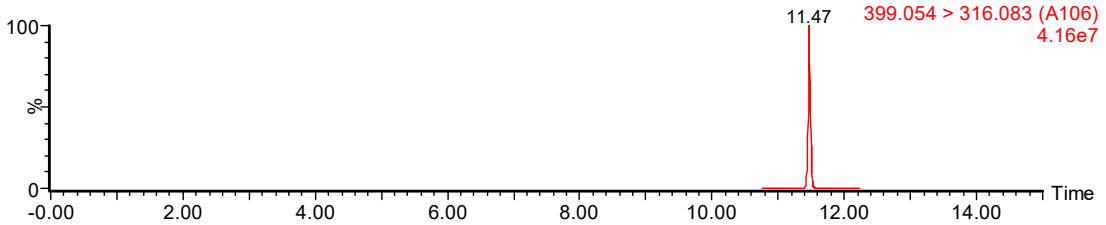
26. 酸性橙 8



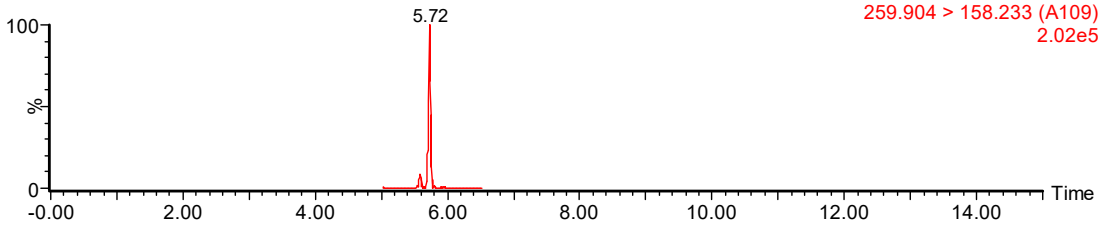
27. 酸性红 71



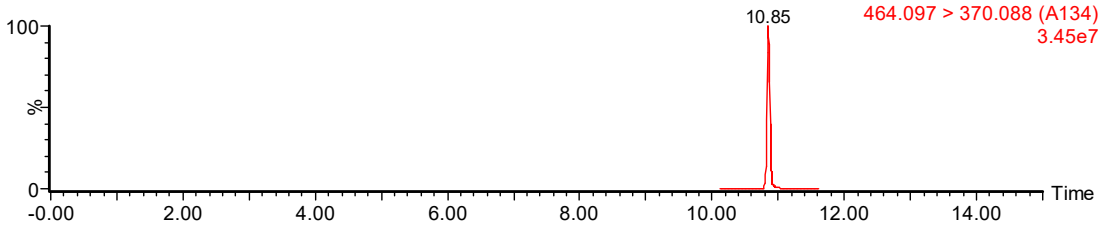
28. 酸性蓝 7



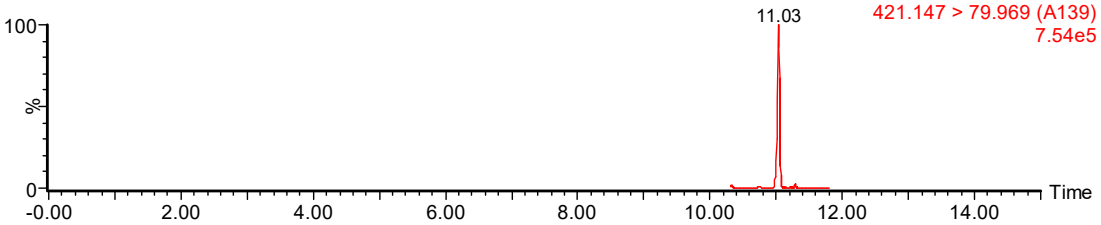
29. 酸性蓝 62



30. 酸性紫 7



31. 酸性蓝 41



32. 酸性兰 27

图C.1 禁用水溶性合成色素定量离子提取流图（A组：100ng/mL；B组：1000ng/mL）