

固相萃取 - 高效液相色谱检测葡萄酒中 罗丹明 B

李小燕^{1,2}, 李梅¹, 陈其锋¹, 韦升艳¹, 罗予¹, 仝海娟¹

(1. 广西民族大学化学与生态工程学院, 广西南宁 530006;

2. 广西林产化学品开发与应用重点实验室, 广西南宁 530006)

摘要: 建立固相萃取富集净化, 高效液相色谱紫外检测葡萄酒中禁用色素罗丹明 B 的方法。葡萄酒样品中的罗丹明 B 经 C₁₈ 固相萃取, 40% 乙醇溶液清洗净化, 80% 的甲醇溶液洗脱后, 用高效液相色谱紫外检测器进行测定。结果表明: 罗丹明 B 在 1.0~10.0 μg/mL 范围呈现良好的线性关系, 相关系数 0.9924; 在 1.5~3.5 μg/mL 添加水平时, 平均回收率为 72.06%, 相对标准偏差为 2.87% (n=5); 定量测出限为 0.25 μg/mL。表明该方法灵敏度高, 重复性良好, 操作简便快速, 适用于葡萄酒中罗丹明 B 的检测。

关键词: 固相萃取; 高效液相色谱; 罗丹明 B; 葡萄酒

Determination of Rhodamine B in Red Wine by Solid Phase Extraction-High Performance Liquid Chromatography

LI Xiao-yan^{1,2}, LI Mei¹, CHEN Qi-feng¹, WEI Sheng-yan¹, LUO Yu¹, TONG Hai-juan¹

(1. College of Chemistry and Ecological Engineering, Guangxi University for Nationalities, Nanning 530006, China;

2. Key Laboratory of Development and Application of Forest Chemicals of Guangxi Province, Nanning 530006, China)

Abstract: A solid phase extraction followed by high performance liquid chromatographic method was developed for the analysis of the prohibited colorant rhodamine B in red wine. The separation of rhodamine B from wines was achieved on a Supelclean-C₁₈ SPE column washed with 40% ethanol aqueous solution (V/V) and eluted with 80% methanol aqueous solution (V/V) prior to analysis on a high performance liquid chromatography equipped with a UV detector. The calibration curve of the method was linear over the range of 1.0 to 10.0 μg/mL with a correlation coefficient of 0.9924. The recoveries for rhodamine B standard spiked in the range of 1.5 to 3.5 μg/mL were between 69.67% and 75.00% with a relative standard deviation (RSD) of 2.87% (n = 5). The detection limit was 0.25 μg/mL. Owing to advantages of good linearity, low limit of detection, high precision and rapidity, this method is suitable for the determination of rhodamine B in red wine.

Key words: solid phase extraction; high performance liquid chromatography; rhodamine B; red wine

中图分类号: O657.72

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2011)08-0238-06

色彩是食品感官品质的一个重要标志。因此, 人们在制作食品时常使用食用色素来改善食品的外观及品质, 使食品赏心悦目。食用色素有天然色素和合成色素两大类。相对于天然色素, 合成色素具有价格低廉, 色泽鲜艳, 着色稳定等特点, 但合成色素的使用必须遵循国家有关规定。然而, 一些不法商家为了用低成本换取高收入, 向食品中添加一些违禁色素、香精等, 给人们的生活带来了极大的安全隐患, 也使我国的出口贸易受到一定的限制。因此, 食品中违禁色素成为食

品安全检测的重点^[1-5]。

罗丹明 B (rhodamine B), 又名四乙基罗丹明, 玫瑰红 B, 碱性玫瑰精, 俗名花粉红, 是一种具有鲜桃红色的人工合成的染料; 由间羟基二乙基苯胺和邻苯二甲酐缩合而成, 通常使用的是它的氯化物 (分子式为 C₂₈H₃₁ClN₂O₃)。主要用于造纸、制漆、纺织、皮革和瓷器的工业染色; 同时它也是一种常见的分析试剂, 广泛应用于环保、矿业、钢铁、医药等领域^[6-7]。罗丹明 B 是一种有机污染物, 可通过食入、吸入或皮肤

收稿日期: 2010-07-04

基金项目: 广西自然科学基金项目(2010GXNSFA013047); 广西教育厅科研项目(200911LX84)

作者简介: 李小燕(1961—), 女, 研究员, 主要从事现代分离分析技术研究。E-mail: lixiaoyan73515@163.com

接触等三种途径进入人体,使人产生头痛、头晕、咽干、咽痛、恶心、呕吐、腹痛、四肢酸痛、乏力、白细胞增高等不同程度的中毒症状。因此我国和欧盟等都不允许在食品中使用^[8-9]。

目前葡萄酒中添加人工合成色素(如胭脂红、苋菜红、柠檬黄、日落黄、亮蓝等)的检测已有相关文献报道^[10-11],在海虾米、辣椒粉、腊肠等食品中检出罗丹明的事件也时有发生^[12-14],而我国目前尚无检测食品中罗丹明 B 的国家标准,对于食品中罗丹明 B 的测定尚未见葡萄酒的检测报道。为有效地控制工业染料在食品中的滥用,有必要建立葡萄酒中罗丹明 B 等违禁色素的检测方法,防患于未然,以从容应对突发的食品安全事件。

固相萃取是一种基于色谱分离的样品前处理技术,相对于传统的液液萃取而言此法能更有效的将目标化合物从复杂样品体系中分离,减少样品预处理步骤,操作简单、快速,更能提高分析结果的重现性。近年来已被广泛应用于食品安全检测、水质环保监测、临床医学、新药开发、刑事鉴定、生命科学等众多领域^[15-16]。本实验采用固相萃取技术对样品进行萃取净化处理,用高效液相色谱紫外检测葡萄酒中的痕量罗丹明 B 的方法,为食品安全检测提供一定的参考。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

干红葡萄酒及其他葡萄酒 市售。

罗丹明 B 对照品(含量 99.5%) 中国医药集团上海试剂公司;乙腈(色谱纯) 美国飞试公司;无水乙醇、冰醋酸(均为分析纯) 天津市北方天医化学试剂厂;甲醇(分析纯) 西陇化工股份有限公司。

1.2 仪器与设备

Series200 型高效液相色谱仪(配有 Series 200 紫外检测器、Series 200 二元泵、600 Series 接口及色谱工作站) 美国 Perkin Elmer 公司;UV/VIS 916 型紫外-可见分光光度计 澳大利亚 GBC 科学仪器公司;Phenomenex Gemini C₁₈ 色谱柱(250mm × 4.6mm, 5μm);Supelclean™ LC-C₁₈ 固相萃取柱(1g, 6mL)。

1.3 标准溶液的制备

准确称取罗丹明 B 对照品适量,用无水乙醇溶解,制成质量浓度为 100 μg/mL 的标准贮备液。再分别准确量取贮备液适量,用水稀释成 0.2、0.4、0.6、0.8、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 μg/mL 系列标准溶液(I),和 1.0、2.5、5.0、7.5、10.0 μg/mL 的系列标准溶液(II),使用前配制。

1.4 试样的处理

将 Supelclean™ LC-C₁₈ 固相萃取柱用 5mL 甲醇活化,5mL 水平衡后,将葡萄酒样品注入固相萃取柱,分别用体积分数 40% 的乙醇溶液清洗(5mL × 3),体积分数 80% 的甲醇溶液洗脱(5mL × 3),收集洗脱液,加水定容至 20mL,经 0.45 μm 有机滤膜过滤后,供高效液相色谱测定用。

1.5 紫外-可见分光光度法标准曲线的制作

取 2.0 μg/mL 罗丹明 B 溶液在 200~700nm 进行波长扫描,最大吸收波长为 553nm。在 553nm 波长处,以水为参比,分别测定 1.3 节系列标准溶液(I)的吸光度,以质量浓度 C(μg/mL)为横坐标,吸光度(A)为纵坐标制作标准曲线,回归方程为: $A = 0.226C + 0.0008$,相关系数 $r = 0.9999$ 。

1.6 高效液相色谱条件

色谱条件(I):流动相 A:乙腈;B:水。梯度洗脱程序:0~5min, A:B(V/V)=15:85;5~30min, A:B(V/V)=45:55。流速:1.0mL/min;柱温:40℃;检测波长:254nm;进样量:20 μL。

色谱条件(II):流动相:乙腈:水=45:55(V/V);流速:1.0mL/min;检测波长:254nm;柱温:40℃;进样量:20 μL。

2 结果与分析

2.1 固相萃取条件的选择

2.1.1 清洗剂和清洗次数的选择

将 C₁₈ 固相萃取柱用甲醇活化(5mL × 2),用蒸馏水平衡(5mL × 2);取 5mL 葡萄酒注入 C₁₈ 固相萃取柱,收集萃取后的滤液。再分别用 5mL 蒸馏水、体积分数 10%、20%、30%、40%、50%、60%、70%、80% 的乙醇溶液和无水乙醇连续清洗,分别收集各个清洗液,用水定容至 10mL。在 553nm 波长下以水为参比分别测定它们的吸光度和葡萄酒原液及萃取后滤液的吸光度,分别计算每个清洗剂所对应的单次清洗率,结果见表 1。实验结果表明,清洗至乙醇体积分数达 40% 时葡萄酒基质的总清洗率已接近 90%,因此,选择 40% 的乙醇溶液作清洗剂较为适宜。

表 1 清洗剂的选择

Table 1 Selection of washing solvent for Supelclean- C₁₈ SPE column

乙醇含量/%	蒸馏水	10	20	30	40	50	60	70	80	100
清洗率/%	2.86	6.61	68.83	1.43	9.36	1.65	0.88	0.44	0.55	1.10

注:清洗率/% = $A_{\text{清洗液}} / (A_{\text{葡萄酒原液}} - A_{\text{葡萄酒滤液}}) \times 100$ 。

另取葡萄酒 5mL,注入 C₁₈ 固相萃取柱,用 40% 乙醇溶液 5mL,多次清洗,分别收集清洗液,用水定容至 10mL,在 553nm 波长处以水为参比分别测定它们的

吸光度。计算清洗率, 结果见表2。结果表明, 清洗至第3次时清洗液已无色, 总清洗率已达93.28%。

表2 清洗次数的选择

Table 2 Selection of washing times for Supelclean-C₁₈ SPE column

清洗次数	1	2	3	4
清洗率/%	91.52	1.21	0.55	0.11
清洗液颜色	酒红色	浅酒红色	无色	无色

注: 清洗剂为40%乙醇溶液。表3同。

取5.0 μg/mL 罗丹明B对照品溶液5mL, 经C₁₈固相萃取柱吸附后, 分别用40%的乙醇溶液5mL清洗多次, 分别收集清洗液并定容至10mL, 在553nm波长下分别测定它们的吸光度, 以验证上述清洗程序是否对罗丹明B产生影响。实验结果见表3。

表3 清洗剂和清洗次数的验证

Table 3 Verification of optimal washing solvent and washing times

清洗次数	1	2	3
清洗率/%	0	0	0

验证实验结果表明, 罗丹明B不受清洗过程的影响, 可完全保留在萃取柱中。选择40%的乙醇清洗3次, 葡萄酒中的基质成分的总清洗率可达93.28%, 而目标化合物罗丹明B仍保留在萃取柱中, 不受清洗过程的影响。因此确定40%的乙醇为清洗剂, 清洗次数为3次。

2.1.2 洗脱剂和洗脱次数的选择

取5.0 μg/mL 罗丹明B对照品溶液5mL, 分别注入3支C₁₈固相萃取柱中进行吸附后, 分别用5mL乙腈、甲醇、无水乙醇洗脱, 分别收集洗脱液并用水定容至10mL, 按1.5节方法分别测定吸光度, 计算洗脱率(洗脱率/%=洗脱量/吸附量×100), 结果见表4。表明甲醇的洗脱能力大于无水乙醇和乙腈, 因此, 选择甲醇为洗脱剂。

表4 洗脱剂种类的选择

Table 4 Selection of elution solvent for Supelclean-C₁₈ SPE column

洗脱剂	无水乙醇	乙腈	甲醇
洗脱率/%	24.95	4.70	89.29

取4.0 μg/mL 罗丹明B对照品溶液5mL, 经C₁₈固相萃取柱吸附后, 分别用5mL体积分数10%、20%、30%、40%、50%、60%、70%、80%、90%的甲醇溶液和甲醇连续洗脱, 分别收集各洗脱液, 用水定容至10mL, 按1.5节方法分别测定吸光度, 计算每个洗脱剂所对应的单次洗脱率, 结果见表5。结果表明: 体积分数为80%的甲醇溶液对应的洗脱率最大, 因此, 确定洗脱剂中甲醇的体积分数为80%。

表5 洗脱剂比例的选择

Table 5 Selection of methanol concentration for Supelclean-C₁₈ SPE column

甲醇体积分数/%	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
洗脱率/%	0	0	0	0	0	0.70	6.17	87.32	0.70	0.92

取4.0 μg/mL 罗丹明B对照品溶液5mL, 经C₁₈固相萃取柱吸附后, 用80%的甲醇溶液5mL洗脱多次, 分别收集洗脱液, 用水定容至10mL; 按1.5节方法分别测定吸光度, 计算各次的洗脱率, 前3次的总洗脱率为103.9%, 结果见表6。

表6 洗脱次数的选择

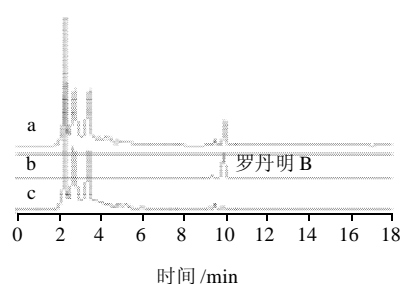
Table 6 Selection of elution times for Supelclean-C₁₈ SPE column

洗脱次数	1	2	3	4	5
洗脱率/%	7.25	60.61	36.06	3.87	1.62

由表6可知, 选择80%的甲醇溶液为洗脱剂洗脱3次, 可将罗丹明B洗脱。因此可确定固相萃取条件为: 以40%的乙醇溶液作为清洗剂, 清洗3次; 以80%的甲醇溶液作为洗脱剂, 洗脱3次。

2.2 固相萃取条件的验证

在同一条件下, 比较固相萃取时选择的最大吸收波长553nm和254nm两个波长下的色谱图, 并兼顾葡萄酒中其他组分的检出, 确定检测波长为254nm; 按色谱条件(I)测定罗丹明B对照品、阴性葡萄酒样品和加标样品的色谱图, 如图1所示。在色谱条件(I)下罗丹明B的保留时间为9.90min。



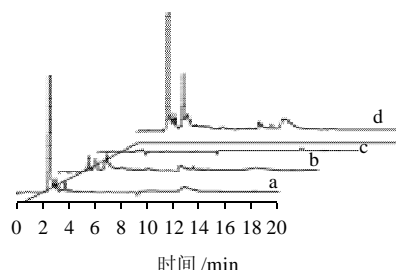
a. 葡萄酒+标样; b. 罗丹明B标样; c. 葡萄酒原液。

图1 罗丹明B对照品、阴性葡萄酒样品和加标样品的色谱图

Fig.1 HPLC chromatograms of spiked sample (a), standard rhodamine B (b) and unspiked sample (c)

由图1可知, 色谱条件(I)能使葡萄酒中的基质峰与罗丹明B的色谱峰基线分离。取葡萄酒原液5mL, 注入C₁₈固相萃取柱, 按照以上确定的固相萃取条件和步骤进行处理, 分别收集其萃取后的滤液、清洗液、洗脱液并用水定容至20mL; 另取葡萄酒原液5mL, 加水

稀释至 20 mL; 将各溶液经 0.45 μm 的有机滤膜过滤, 取滤液, 按 1.6 节色谱条件(I)进行测定。葡萄酒上柱后的萃取滤液、清洗液、洗脱液和葡萄酒原液的色谱图如图 2 所示。



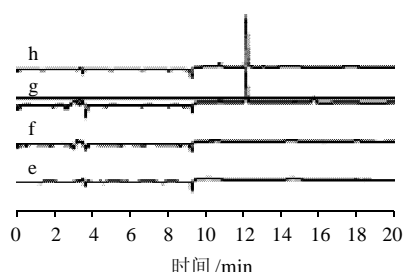
a. 葡萄酒滤液; b. 葡萄酒清洗液; c. 葡萄酒洗脱液; d. 葡萄酒原液。

图 2 葡萄酒滤液、清洗液、洗脱液和原液色谱图

Fig.2 HPLC chromatograms of flow-through (a), effluent (b), eluate (c) as a result of SPE separation and raw wine sample (d)

从图 2 可以看出, 葡萄酒中的大部分色素物质不被固相萃取柱保留, 而随滤液流出萃取柱; 少部分被保留的物质在用 40% 乙醇溶液清洗 3 次即被完全除去, 洗脱液中已无基质物质存在。说明清洗条件可行。

取 10.0 $\mu\text{g/mL}$ 的罗丹明 B 对照品溶液 5 mL, 注入 C_{18} 固相萃取柱, 按照以上确定的固相萃取条件和步骤进行处理, 分别收集其萃取后的滤液、清洗液、洗脱液, 加水定容至 20 mL; 另取 10.0 $\mu\text{g/mL}$ 罗丹明 B 对照品溶液 5 mL, 加水定容至 20 mL (含罗丹明 B 2.5 $\mu\text{g/mL}$); 将各溶液经 0.45 μm 有机滤膜过滤, 取滤液, 按 1.6 节色谱条件(I)进行测定。罗丹明 B 对照品溶液上柱后的萃取滤液、清洗液、洗脱液和罗丹明 B 对照品溶液的色谱图如图 3 所示。从图 3 可以看出, 上柱后的滤液及清洗液中不含罗丹明 B, 说明罗丹明 B 上柱后可完全保留在柱中, 并且在清洗过程中不被清洗; 罗丹明 B 只出现在洗脱液中, 说明其只在洗脱步骤中被洗脱。

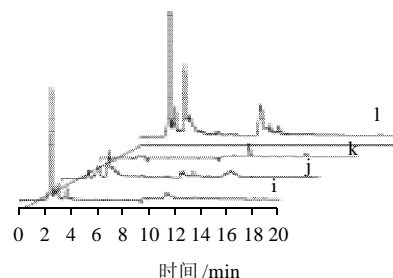


e. 罗丹明 B 滤液; f. 罗丹明 B 清洗液;
g. 罗丹明 B 洗脱液; h. 罗丹明 B 原液。

图 3 罗丹明 B 对照品萃取滤液、清洗液、洗脱液和对照品溶液色谱图

Fig.3 HPLC chromatograms of flow-through (a), effluent (b), eluate (c) as a result of SPE separation and standard rhodamine B (h)

取罗丹明 B 贮备液适量, 用葡萄酒稀释, 制成质量浓度 10.0 $\mu\text{g/mL}$ 的加标样品溶液。取该加标样品溶液 5 mL, 注入 C_{18} 固相萃取柱, 按照以上确定的固相萃取条件和步骤进行处理, 分别收集其萃取后的滤液、清洗液、洗脱液, 分别用水定容至 20 mL; 另取 10.0 $\mu\text{g/mL}$ 加标样品溶液 5 mL, 加水定容至 20 mL (含罗丹明 B 2.5 $\mu\text{g/mL}$)。将上述各溶液经 0.45 μm 有机滤膜过滤, 取滤液, 按 1.6 节色谱条件(I)进行测定。加标样品上柱后的萃取滤液、清洗液、洗脱液和加标样品原液的色谱图如图 4 所示。由图 4 可以看出, 葡萄酒中的基质色素物质只出现在过柱萃取后的滤液和清洗液中, 而洗脱液中除罗丹明 B 外无其他杂质峰, 说明经过固相萃取和清洗步骤, 已将样品基质中的杂质物除去, 不会干扰罗丹明 B 的测定。



i. 加标葡萄酒萃取滤液; j. 加标葡萄酒清洗液;
k. 加标葡萄酒洗脱液; l. 加标葡萄酒原液。

图 4 加标样品萃取滤液、清洗液、洗脱液和加标样品原液色谱图

Fig.4 HPLC chromatograms of flow-through (a), effluent (b), eluate (c) as a result of SPE separation and spiked wine sample (d)

由图 2~4 可知: 葡萄酒中的大部分色素物质不被固相萃取柱保留, 而随滤液流出萃取柱; 少部分被保留的物质在用 40% 乙醇溶液清洗 3 次后即被完全除去, 而目标化合物罗丹明 B 不受清洗过程的影响仍保留在萃取柱上; 洗脱液中除了罗丹明 B 外无其他杂质峰, 说明 80% 甲醇溶液洗脱 3 次能将目标化合物罗丹明 B 洗脱。

以上验证实验结果表明, 所选择的固相萃取条件能将葡萄酒中杂质物质和目标化合物罗丹明 B 分离, 从而达到对样品的净化和对目标化合物的富集作用。符合实验要求。

2.3 HPLC 法标准曲线、线性范围及检出限

取 1.3 节质量浓度 1.0~10.0 $\mu\text{g/mL}$ 的罗丹明系列标准溶液(II), 按 1.6 节色谱条件(II)进行测定, 以质量浓度 $C/(\mu\text{g/mL})$ 为横坐标, 峰面积 A 为纵坐标, 制作标准

曲线, 回归方程为 $A = 87884C - 4654$, 相关系数 $R = 0.9924$ 。表明在 $1.0 \sim 10.0 \mu\text{g/mL}$ 范围内, 质量浓度与峰面积呈现良好的线性关系, 符合定量要求。以 $R_{\text{SN}} = 3$ 计算方法的最低检出线为 $0.25 \mu\text{g/mL}$ 。

2.4 加标回收率实验

取罗丹明 B 储备液适量, 用葡萄酒稀释, 制成质量浓度分别为 1.5 、 2.0 、 2.5 、 3.0 、 $3.5 \mu\text{g/mL}$ 系列加标溶液。各取 20mL 注入 C_{18} 固相萃取柱。在所选择的固相萃取条件下进行实验, 将各系列加标溶液的洗脱液用水定容至 20mL , 按 1.6 节色谱条件(II)测定, 计算回收率, 结果见表 7。

表 7 加标回收实验结果
Table 7 Results of spike recovery test

加标值/ $\mu\text{g/mL}$	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5
测定值/ $\mu\text{g/mL}$	1.09	1.50	1.81	2.09	2.47
回收率/%	72.67	75.00	72.40	69.67	70.57
RSD/%	2.87				

由表 7 可知, 加标质量浓度在 $1.5 \sim 3.5 \mu\text{g/mL}$ 之间回收率较稳定, 平均回收率为 72.06% , 相对标准偏差(RSD)为 2.87% 。

2.5 精密度和重复性实验

取 $5.0 \mu\text{g/mL}$ 罗丹明 B 对照品溶液, 按 1.6 节色谱条件(II)平行测定 5 次, 峰面积的 RSD 为 0.87% , 表明该方法精密度良好。

配制 5 份加标水平为 $2.0 \mu\text{g/mL}$ 罗丹明 B 的加标样品溶液 20mL , 按 1.6 节色谱条件(II)分别对洗脱液进行测定, 结果见表 8。回收率的 RSD 为 2.34% , 表明该方法的重复性良好。

表 8 重复性实验结果
Table 8 Results of repeatability test

实验次数	1	2	3	4	5
测定值/ $\mu\text{g/mL}$	1.51	1.51	1.51	1.51	1.59
回收率/%	75.50	75.50	75.50	75.50	79.50
RSD/%	2.34				

2.6 固相萃取柱使用寿命实验

用一支固相萃取柱, 取加标水平为 $12 \mu\text{g/mL}$ 的样品 5mL , 按 1.4 节方法进行试样处理, 按 1.6 节色谱条件(II)测定。对一支固相萃取柱进行多次重复实验(固相萃取柱可用 9:1 的甲醇/冰醋酸(V/V)再生), 计算各次的回收率, 结果见表 9。实验结果表明, 在加标水平高达 $12 \mu\text{g/mL}$ 的情况下, 固相萃取柱重复使用 10 次, 回收率仍可达 $67\% \sim 63\%$, 变化较小。因此, 可以判定

Supelclean™ LC- C_{18} 固相萃取柱至少可以重复使用 10 次。

表 9 固相萃取柱使用寿命实验结果
Table 9 Effect of repeated use of Supelclean- C_{18} SPE column on rhodamine B recovery

使用次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
回收率/%	67.56	63.88	66.95	65.67	65.78	62.59	64.21	63.25	63.85	63.59

2.7 实际样品的测定

经 2.2 节固相萃取条件验证实验证明, 加标样品经过固相萃取及清洗步骤后, 洗脱液已很纯净, 因此实际样品分析可按 1.6 节色谱条件(II)进行。在色谱条件(II)下罗丹明 B 的保留时间为 6.40min , 其色谱图见图 5。

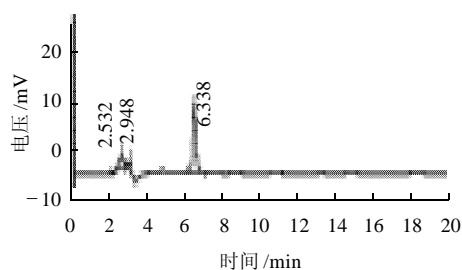
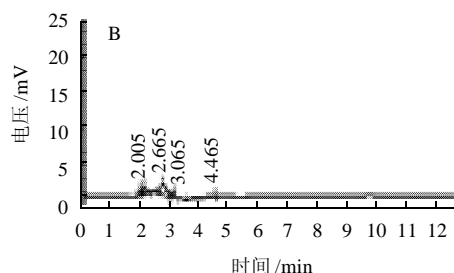
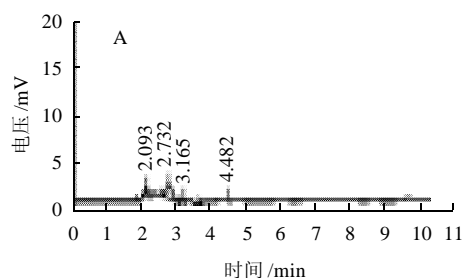


图 5 罗丹明 B 色谱图
Fig.5 HPLC chromatogram of standard Rhodamine B

对市售的多个葡萄酒样品按 1.4 节步骤进行萃取、净化、洗脱, 洗脱液按 1.6 节色谱条件(II)进行分析, 将这些样品的色谱图和罗丹明 B 对照品色谱图进行比较, 样品在 $6 \sim 7\text{min}$ 之间均无色谱峰出现, 表明这些市售葡萄酒样品不含罗丹明 B。各样品色谱图分别见图 6。



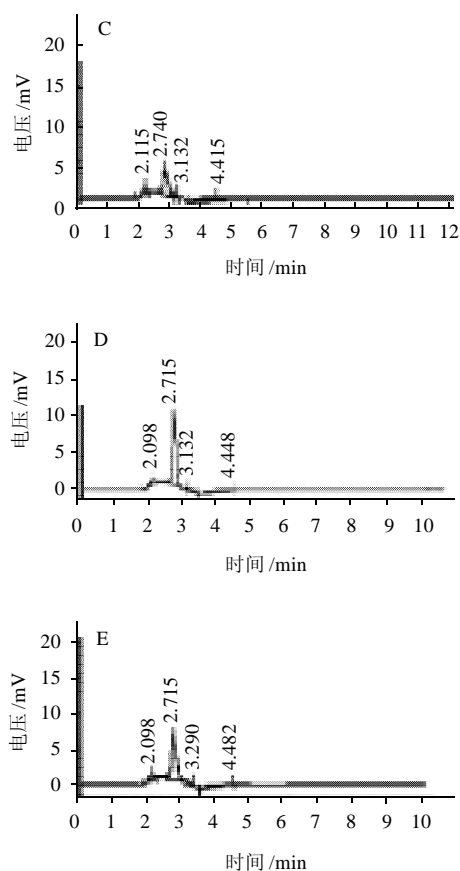


图6 冰玫瑰(A)、贵族全汁(B)、红房子(C)、赤霞珠(D)、情人醉(E)葡萄酒样品色谱图

Fig.6 HPLC chromatogram of Bingmeigui (A), Guizu (B), Hongfangzi (C), Chixiazhu (D) and Qingrenzui (E) grape wine samples

3 结论

3.1 本实验建立固相萃取净化、富集, 高效液相色谱检测葡萄酒中禁用色素罗丹明 B 的方法。该方法灵敏度高, 精密度和重复性好。

3.2 对 C₁₈ 固相萃取柱进行使用寿命测试, 实验结果表

明, 在罗丹明 B 添加质量浓度高达 12 μg/mL 时 LC-C₁₈ 固相萃取柱至少可以重复使用 10 次。

3.3 虽然在市售葡萄酒样品中未发现含罗丹明 B 的阳性样品, 但本实验建立的方法可以作为快速检测葡萄酒中罗丹明 B 的依据。

参考文献:

- [1] 刘成伦, 李小庆, 王晶, 等. 偶氮类非食用色素的快速测定方法研究进展[J]. 食品科学, 2009, 30(5): 273-276.
- [2] 刘宁, 肖白曼, 张剑峰. HPLC法测定食品中非食用色素酸性橙 II [J]. 中国民康医学, 2006, 18(2): 104-105.
- [3] 高洁, 宁尚勇, 许志强. 固相萃取-高效液相色谱法检测食品中的非食用色素[J]. 分析实验室, 2008, 27(8): 33-35.
- [4] 郑玲, 李丽华, 覃使, 等. 高效液相色谱法检测葡萄酒中对位红和苏丹色素[J]. 酿酒科技, 2009, 180(6): 102-103.
- [5] 王传现, 韩丽, 方晓明, 等. 食品中罗丹明 B 的高效液相色谱荧光检测[J]. 分析仪器, 2008(1): 27-30.
- [6] 颜范勇, 陈立功, 闫喜龙, 等. 罗丹明类荧光染料的合成及应用[J]. 化学进展, 2006, 18(2/3): 252-261.
- [7] 姚型军, 袁倩, 刘道杰, 等. 罗丹明类化合物作为分析试剂的应用进展[J]. 理化检验: 化学分册, 2006, 42(6): 499-504.
- [8] 孙建军, 魏福山, 闵建雄, 等. 1 起群体性碱性玫瑰精中毒[J]. 中国法医学杂志, 1999, 14(4): 238-239.
- [9] 卢士英, 邹明强. 食品中常见的非食用色素的危害与检测[J]. 中国仪器仪表, 2009(8): 45-50.
- [10] 魏玉霞, 王爱月. 郑州市市售葡萄酒中人工合成色素检测[J]. 预防医学文献信息, 2000, 6(3): 223.
- [11] 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.
- [12] 黄百芬, 铁晓威, 钱欣, 等. 固相萃取-高效液相色谱荧光检测法测定染色虾米中的碱性玫瑰精含量[J]. 中国卫生检验杂志, 2005, 15(1): 17-19.
- [13] 谷岩, 崔松林, 周宇, 等. 高效液相色谱法测定辣椒粉中碱性橙、玫瑰精含量[J]. 分析测试技术与仪器, 2006, 12(4): 202-204.
- [14] 陈春晓, 刘红河, 仲岳桐, 等. 食品中碱性玫瑰精的高效液相色谱-串联质谱法联用测定[J]. 实用预防医学, 2008, 15(5): 1557-1559.
- [15] 丁明玉. 现代分离方法与技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2009: 92-97.
- [16] 陈小华, 汪群杰. 固相萃取技术与应用[M]. 北京: 科学出版社, 2010: 194-428.