

高效液相色谱法测定橙汁中酸性大红 GR 的不确定度评定

Evaluation of uncertainty in the determination of acid scarlet GR in orange juice by high performance liquid chromatography

袁 圆^{1,2} 曾 辉^{1,2} 肖 艳³ 杨丽霞^{1,2}

YUAN Yuan^{1,2} ZENG Hui^{1,2} XIAO Yan³ YANG Li-xia^{1,2}

崔晓娇^{1,2} 杨 韵^{1,2} 吴后吕^{1,2}

CUI Xiao-jiao^{1,2} YANG Yun^{1,2} WU Hou-lu^{1,2}

(1. 长沙市食品药品检验所, 湖南 长沙 410036; 2. 国家酒类产品质量检验检测中心〔湖南〕, 湖南 长沙 410036; 3. 湖南国际旅行卫生保健中心〔长沙海关口岸门诊部〕, 湖南 长沙 410011)

(1. Changsha Institute for Food and Drug Control, Changsha, Hunan 410036, China; 2. National Alcohol Products Quality Inspection and Testing Center [Hunan], Changsha, Hunan 410036, China; 3. Hunan International Travel Health Care Center [Portal Clinic of Changsha Customs], Changsha, Hunan 410011, China)

摘要:目的:对高效液相色谱法测定橙汁中酸性大红 GR 的含量进行不确定度评定,分析不确定度来源和影响检测结果的关键因素,从而提高检验结果的准确性。方法:建立橙汁中酸性大红 GR 含量不确定度的数学模型,对检测过程中可能引入不确定度的因素进行分析,并对各不确定度分量进行评定。结果:自制阳性橙汁中酸性大红 GR 含量为 1.46 mg/kg,扩展不确定度为 0.11 mg/kg (包含因子 $k=2$),测定结果表示为: $X=(1.46\pm 0.11)$ mg/kg ($k=2$)。结论:不确定度主要来源于标准物质的纯度、标准曲线线性拟合和高效液相色谱仪分析所引入的不确定度。

关键词:高效液相色谱;橙汁;酸性大红 GR;不确定度

Abstract: Objective: The uncertainty of the determination of acid scarlet GR in orange juice by high performance liquid chromatography (HPLC) was evaluated. The source of uncertainty and the key factors affecting the test results were analyzed, so as to improve the accuracy of the test results. Methods: The mathematical model of uncertainty of acid scarlet GR content in orange juice was established. The factors that may introduce un-

certainty in the detection process were analyzed, and the uncertainty components were evaluated. Results: The content of acid scarlet GR in self-made positive orange juice was 1.46 mg/kg, the expanded uncertainty was 0.11 mg/kg (including factor $k=2$), and the determination result was expressed as: $X=(1.46\pm 0.11)$ mg/kg ($k=2$). Conclusion: This uncertainty mainly comes from the uncertainty introduced by the purity of reference materials, the linear fitting of standard curves and the analysis of high performance liquid chromatography.

Keywords: high performance liquid chromatography (HPLC); orange juice; acid red GR; uncertainty

酸性大红 GR 又名酸性红 73,为黄光红色粉末,属于偶氮类生物染色剂,溶于水、乙醇和乙二醇乙醚,不溶于大多数有机溶剂,主要用于毛丝织物、皮革和纸张的染色,还可用于塑料、木材和水泥等的着色^[1-4]。酸性大红 GR 是一种强致癌物,为食品禁用色素^[5-6]。由于酸性大红 GR 具有水溶性好、颜色鲜艳、固色能力强和价格低廉等优点,有不法经营者为了美化食品的外观,将其充当食用色素添加到食品中。2021 年 7 月 28 日,国家市场监督管理总局发布的《食品中酸性大红 GR 的测定》^[7]等 4 项食品补充检验方法的公告(2021 年第 28 号),为检测食品中违法添加酸性大红 GR 提供了有力的技术支撑。

不确定度是表征合理赋予被测量值的分散性,与测量结果相联系的参数^[8-10]。当检测结果能提供不确定度

基金项目:国家市场监督管理总局科技计划项目(编号:2020MK074)

作者简介:袁圆,女,长沙市食品药品检验所工程师,硕士。

通信作者:杨丽霞(1981—),女,长沙市食品药品检验所高级工程师,博士。E-mail: yanglixia612@163.com

收稿日期:2022-03-31

数值时可以很大程度提高测量结果的准确性^[11-12]。研究拟参照 BJS 202107《食品中酸性大红 GR 的测定》中的液相色谱法测定自制阳性橙汁中酸性大红 GR 含量(定量限为 1.5 mg/kg),依据 JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》,对检测过程中的不确定度来源进行分析,以期为高效液相色谱法检测橙汁等复杂基质中酸性大红 GR 含量的测量及结果判定提供依据。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

酸性大红 GR 标准品:纯度 98.8%,北京曼哈格生物科技有限公司;

甲酸:色谱纯,阿拉丁试剂(上海)有限公司;

甲醇:色谱纯,德国默克化工公司;

乙酸铵、无水乙醇、氨水、柠檬酸、乙酸:分析纯,国药集团化学试剂有限公司;

橙汁:市售;

阳性橙汁:实验室制备。

1.2 仪器和设备

高效液相色谱仪:Waters Alliance e2695 型,配 2998PDA 检测器,美国沃特世公司;

超纯水仪:Milli-Q 型,美国密理博公司;

电子天平:XS205DU 型,梅特勒—托利多国际贸易(上海)有限公司;

离心机:ST16R 型,赛默飞世尔科技(中国)有限公司;

氮吹仪:N-ECAP45 型,美国 Organomation 公司;

固相萃取装置:HSE-24B 型,天津市恒奥科技发展有限公司。

1.3 试验方法

1.3.1 样品处理 依据 BJS 202107《食品中酸性大红 GR 的测定》进行样品处理。

(1) 样品提取:精确称取 2.0 g(精确到 0.000 01 g)样品于 50 mL 离心管中,用移液器移取 10 mL 无水乙醇—氨水—水($V_{\text{无水乙醇}}:V_{\text{氨水}}:V_{\text{水}}=7:2:1$)溶液加入到样品中,摇匀后超声 5 min,以 8 000 r/min 的速度离心 5 min,将上清液转移至 50 mL 离心管中。重复上述步骤提取 2 次,合并提取液,于 60 °C 水浴下用氮气吹至 5 mL 以下。用柠檬酸溶液调节 pH 至 3.0~4.0。

(2) 样品净化:加少许水将 1 g 聚酰胺粉调成糊状,倒入提取液中搅拌均匀后再倒入 G3 垂熔漏斗中抽滤,依次用 60 °C pH 4 的水、甲醇—甲酸($V_{\text{甲醇}}:V_{\text{甲酸}}=6:4$)溶液和水洗涤容器、垂熔漏斗 3~5 次,直到洗出的水溶液 pH 为中性后,再用无水乙醇—氨水水($V_{\text{无水乙醇}}:V_{\text{氨水}}:V_{\text{水}}=7:2:1$)溶液洗涤 3~5 次,至吸附的色素完全解吸后,收集全部解吸液至离心管,用乙酸调节 pH 直至中性,

于 60 °C 水浴下氮吹至近干,加入甲醇—水($V_{\text{甲醇}}:V_{\text{水}}=6:4$)溶液溶解,定容至 5 mL 后涡旋混匀,用 0.45 μm 尼龙膜过滤,滤液供高效液相色谱分析测定。

1.3.2 色谱条件 色谱柱:Agilent TC-C₁₈ 色谱柱(250 mm×4.6 mm,5 μm);流动相:甲醇—0.01 mol/L 乙酸铵($V_{\text{甲醇}}:V_{\text{乙酸铵}}=60:40$);流速 1.0 mL/min;柱温 35 °C;检测波长 512 nm;进样量 20 μL。

1.3.3 标准溶液的配制

(1) 标准储备液:精确称取 0.025 34 g 酸性大红 GR 标准品溶于水中,定容至 25 mL A 级容量瓶中,得到 1.00 mg/mL 标准储备液。

(2) 标准中间液:用移液管(A 级)准确移取 2.00 mL 标准储备液于 100 mL 容量瓶(A 级)中,用水定容,得到 20.0 μg/mL 标准中间液。

(3) 标准工作液:用移液管(A 级)分别准确移取标准中间液 0.10,0.25,0.50,2.50,5.00,10.00 mL 于 10 mL 容量瓶(A 级)中,用水稀释定容,得到质量浓度分别为 0.2,0.5,1.0,5.0,10.0,20.0 μg/mL 的标准工作液。

2 结果分析

2.1 数学模型

橙汁中酸性大红 GR 含量按式(1)计算:

$$X = \frac{(c - c_0) \times v \times 1\,000}{m \times 1\,000}, \quad (1)$$

式中:

X ——试样中酸性大红 GR 含量,mg/kg;

v ——试样定容体积,mL;

c ——测定试液中酸性大红 GR 的质量浓度,μg/mL;

c_0 ——空白试液中酸性大红 GR 的质量浓度,μg/mL;

m ——试样质量,g;

1 000——单位换算系数。

2.2 不确定度来源分析

通过对检测过程和数学模型分析得出,高效液相色谱法测定橙汁中酸性大红 GR 不确定度来源如图 1 所示。

2.3 不确定度的评定

2.3.1 标准物质引入的标准不确定度 $u_{\text{rel}}(p)$ 由标准物

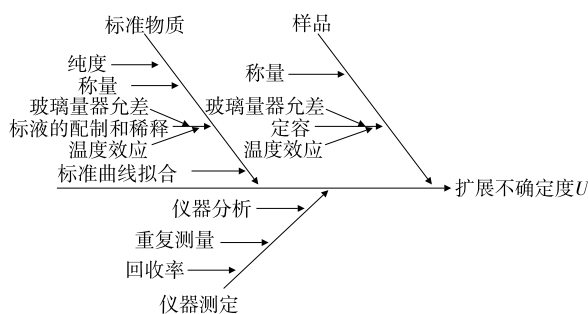


图 1 不确定度来源分析图

Figure 1 Uncertainty source analysis diagram

质证书可知,酸性大红 GR 标准物质纯度为 98.8%,扩展不确定度为 $\pm 2.0\%$, $k=2$, 则: $u_{\text{rel}}(p) = \frac{2.0\%}{2} = 0.010$ 。

2.3.2 标准物质称量引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(m_1)$ 称量过程使用的电子分析天平精确至 0.000 01 g, 该天平的最大允差^[13]为 $\pm 0.000 05$ g, $k=2$, 则: $u(m_1) = \frac{\alpha}{k} = \frac{0.000 05}{2} = 0.000 025$ g。称取酸性大红 GR 标准品 0.025 34 g, 则: $u_{\text{rel}}(m_1) = \frac{0.000 025}{0.025 34} = 0.000 99$ 。

2.3.3 标准系列溶液配制引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(\text{std1})$

(1) 配制酸性大红 GR 标准储备液需要使用 25 mL A 级容量瓶 1 个, 该过程引入的不确定度来源于容量瓶的校准和温度, 根据 JJG 196—2006《常用玻璃量器》规定, 在 20 °C 时 25 mL A 级单标线容量瓶的容量允差为 ± 0.03 mL, 取均匀分布 $k=\sqrt{3}$, 则定容引入的不确定度为: $u(v_d) = \frac{\alpha}{k} = \frac{0.03}{\sqrt{3}} = 0.017$ mL。酸性大红 GR 标准储备液用水溶解定容, 20 °C 时水的膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$, 实验室温度波动范围 $(20 \pm 5) \text{ } ^\circ\text{C}$, 假设包含因子 $k=\sqrt{3}$, 则温度引入的不确定度为: $u(v_t) = \frac{\alpha}{k} = \frac{25 \times 2.1 \times 10^{-4} \times 5}{\sqrt{3}} = 0.015$ mL。因此, 配制标准储备液过程中引入的合成不确定度为: $u(v) = \sqrt{u_{\text{rel}}(v_d)^2 + u_{\text{rel}}(v_t)^2} = \sqrt{0.017^2 + 0.015^2} = 0.023$ mL, 相对不确定度为: $u_{\text{rel}}(1.0 \text{ mg/mL}) = \frac{u(v)}{v_d} = \frac{0.023}{25} = 0.000 92$ 。

(2) 配制标准系列溶液需使用 3 支 1 mL A 级移液管, 1 支 2 mL A 级移液管, 2 支 5 mL A 级移液管, 5 个 10 mL A 级容量瓶, 1 个 100 mL A 级容量瓶, 计算得出各量具引入的相对不确定度见表 1, 配置标准系列溶液引入的相对不确定度 $u_{\text{rel}}(c)$ 按式(2)计算, 结果见表 2。

$$u_{\text{rel}}(c) = \frac{\sqrt{\left[u_{\text{rel}}(v_1) \times \frac{v_2}{v_3}\right]^2 + u_{\text{rel}}(v_4)^2}}{10}, \quad (2)$$

式中:

$u_{\text{rel}}(c)$ ——配置标准系列溶液引入的不确定度;

$u_{\text{rel}}(v_1)$ ——移液管引入的相对不确定度;

v_2 ——移液管移取的体积, mL;

v_3 ——移液管的体积, $\mu\text{g/mL}$;

$u_{\text{rel}}(v_4)$ ——容量瓶引入的相对不确定度;

10——容量瓶的体积, mL。

通过式(2), 可以得出标准系列各浓度引入的不确定度的详细过程。

因此, 标准系列溶液配制引入的相对标准不确定度为:

表 1 各量具引入的不确定度

Table 1 Uncertainty introduced by each measuring tool

量具	容量允差/mL	$u(v_d)$	$u(v_t)$	$u_{\text{rel}}(v)$
1 mL 移液管	± 0.008	0.004 6	0.000 61	0.004 6
2 mL 移液管	± 0.012	0.006 9	0.000 12	0.003 4
5 mL 移液管	± 0.025	0.014	0.003 0	0.002 9
10 mL 容量瓶	± 0.02	0.012	0.006 1	0.001 3
25 mL 容量瓶	± 0.03	0.017	0.015	0.000 92
100 mL 容量瓶	± 0.10	0.058	0.061	0.000 84

表 2 配制标准系列溶液引入的相对不确定度

Table 2 Relative uncertainty of preparation of standard series solution

标准溶液质量浓度/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	移取体积/mL	移液管体积/mL	容量瓶/mL	$u_{\text{rel}}(c)$
20.0	2.00	2.00	100.0	0.000 035
0.2	0.10	1.00	10.0	0.000 13
0.5	0.25	1.00	10.0	0.000 17
1.0	0.50	1.00	10.0	0.000 26
5.0	2.50	5.00	10.0	0.000 19
10.0	5.00	5.00	10.0	0.000 31

$$u_{\text{rel}}(\text{std1}) = [u_{\text{rel}}(1.0 \text{ mg/mL})^2 + u_{\text{rel}}(20.0 \mu\text{g/mL})^2 + u_{\text{rel}}(0.2 \mu\text{g/mL})^2 + u_{\text{rel}}(5.0 \mu\text{g/mL})^2 + u_{\text{rel}}(1.0 \mu\text{g/mL})^2 + u_{\text{rel}}(5.0 \mu\text{g/mL})^2 + u_{\text{rel}}(10.0 \mu\text{g/mL})^2]^{\frac{1}{2}} = 0.001 0。$$

2.3.4 标准曲线拟合引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(\text{std2})$ 标准曲线各浓度分别为 0.2, 0.5, 1.0, 5.0, 10.0, 20.0 $\mu\text{g/mL}$, 对标准曲线的每个浓度点重复分析 3 次, 用最小二乘法对标准曲线各浓度与峰面积进行拟合, 得到线性回归方程见表 3。通过式(3)计算得出残差标准差 s 为 2 274.98。样品平行测定 7 次, 测得样液平均浓度 $C_0 = 0.586 8$, 定容体积为 5.0 mL, 将各数值代入式(1), 计算得出试样中酸性红含量为 1.46 mg/kg, 再由式(4)求得拟合标准曲线得出的标准不确定度为 0.021。

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (A_j - B_0 - B_1 C_i)^2}{n-2}}, \quad (3)$$

$$u_{\text{rel}}(\text{std2}) = \frac{s}{B_1} \sqrt{\frac{1}{P} + \frac{1}{n} + \frac{(C_0 - \bar{C})^2}{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}}, \quad (4)$$

式中:

A_j ——第 i 个标准溶液的第 j 次计数值;

B_1 ——标准曲线的斜率, 53 154.78;

B_0 ——截距, 1 386.48;

C_i ——第 i 个标准溶液的质量浓度, $\mu\text{g/mL}$;

C_0 ——样品的平均质量浓度, 0.586 7 $\mu\text{g/mL}$;

表 3 线性回归方程

Table 3 Linear regression equation

质量浓度/(μg·mL ⁻¹)	峰面积 1	峰面积 2	峰面积 3	标准曲线	相关系数
0.2	11 470	11 855	11 012	$A=53\ 154.78C_i+1\ 386.48$	0.999 9
0.5	27 693	28 525	26 729		
1.0	53 263	53 116	53 165		
5.0	267 089	270 162	267 328		
10.0	535 656	539 570	531 920		
20.0	1 062 838	1 064 552	1 061 355		

$\bar{C}$ ——标准工作液的平均质量浓度,6.12 μg/mL;
 S ——工作液峰面积残差的标准差,2 274.98;
 P ——样品的测量次数,7;
 n ——标准曲线各点的测量次数,18;
 $u_{\text{rel}}(\text{std}2)$ ——标准曲线引入的标准不确定度。

2.3.5 称量样品引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(m_2)$ 准确称取 7 份 2.0 g 的样品,7 份样品的平均值为 2.002 50 g,电子天平引入的不确定度计算方法同 2.3.2,则: $u(m_2)=0.000\ 025\text{ g}$,称取平均值为 2.002 50 g 样品时,天平产生的相对不确定度为: $u_{\text{rel}}(m_2)=\frac{0.000\ 025}{2.002\ 50}=0.000\ 012$ 。

2.3.6 样液的定容引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\nu_d)$
 $u_{\text{rel}}(\nu_d)$ 计算过程同 2.3.3(1),5 mL A 级容量瓶在 20 ℃时的容量允差为±0.002 mL,样液最后用甲醇水定容,由于甲醇占比大,因此只考虑甲醇因温度变化产生的不确定度,甲醇的膨胀系数在 20 ℃时为 $1.18\times 10^{-3}\text{ }^{\circ}\text{C}^{-1}$,则容量允差引入的不确定度为: $u(\nu_{\text{dl}})=\frac{\alpha}{k}=\frac{0.002}{\sqrt{3}}=0.001\ 2\text{ mL}$,温度波动引入的不确定度为: $u(\nu_{\text{d2}})=\frac{\alpha}{k}=\frac{5\times 1.18\times 10^{-3}\times 5}{\sqrt{3}}=0.017\text{ mL}$,则: $u(\nu_d)=\sqrt{u_{\text{rel}}(\nu_{\text{dl}})^2+u_{\text{rel}}(\nu_{\text{d2}})^2}=\sqrt{0.001\ 2^2+0.017^2}=0.017\text{ mL}$,
 $u_{\text{rel}}(\nu_d)=\frac{u(\nu_d)}{\nu_d}=\frac{0.017}{5}=0.003\ 4$ 。

2.3.7 仪器引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(H)$ 仪器校准证书给出,Waters Alliance e2695 高效液相色谱仪的扩展不确定度为 6%($k=2$),则: $u_{\text{rel}}(H)=\frac{6\%}{2}=0.030$ 。

2.3.8 重复测定样品引入的相对不确定度 $u_{\text{rel}}(X)$ 取

被测样品重复检测 7 次($n=7$),按式(5)和式(6)计算,得出样品中酸性大红 GR 含量、重复测定的标准偏差、相对标准不确定度见表 4。

$$s(X)=\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n(X_i-\bar{X})^2}{n-1}}, \tag{5}$$

$$u_{\text{rel}}(X)=\frac{s(X)}{\sqrt{n}\times X}, \tag{6}$$

式中:
 X_i ——酸性大红 GR 第 i 次测量的含量,mg/kg;
 $\bar{X}$ ——酸性大红 GR 的平均含量,mg/kg;
 n ——测量次数,7;
 $s(X)$ ——重复测定的标准偏差;
 $u_{\text{rel}}(X)$ ——重复测定引入的相对不确定度。

2.3.9 样品回收率引入的相对不确定度 $u_{\text{rel}}(R)$ 对空白试样进行添加量为 3.0 mg/kg 的加标试验($n=7$),按式(7)、式(8)和式(9)计算,得出酸性大红 GR 的回收率引入相对标准不确定度见表 5。

$$s(R)=\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n(R_i-\bar{R})^2}{n-1}}, \tag{7}$$

$$u(R)=\frac{s(R)}{\sqrt{n}}, \tag{8}$$

$$u_{\text{rel}}(R)=\frac{u(R)}{\bar{R}}, \tag{9}$$

式中:
 R_i ——酸性大红 GR 第 i 次测量的回收率,%;
 $\bar{R}$ ——酸性大红 GR 测量 n 次的回收率,%;
 n ——测量次数,7;

表 4 重复测定引入的不确定度

Table 4 Uncertainty introduced by repeated determination

GR 含量/(mg·kg ⁻¹)							平均值 $\bar{X}$ / (mg·kg ⁻¹)	标准偏差 $s(X)$	$u_{\text{rel}}(X)$
1	2	3	4	5	6	7			
1.44	1.46	1.44	1.46	1.44	1.46	1.46	1.46	0.010	0.002 6

表 5 样品回收率引入的不确定度

Table 5 Uncertainty introduced by sample recovery

回收率/%							平均值	标准偏差	$u(R)$	$u_{\text{rel}}(R)$
1	2	3	4	5	6	7	$R/\%$	$s(R)$		
96.5	97.1	97.1	96.6	96.9	96.3	96.4	96.7	0.35	0.13	0.001 4

$s(R)$ ——回收率的标准偏差；

$u(R)$ ——回收率引入的不确定度；

$u_{\text{rel}}(R)$ ——回收率引入的相对不确定度。

研究进行了 7 次加标回收测定试验 ($n=7$)，取 95% 置信区间，自由度 ($n-1$) 为 6，查阅 JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》附录 B，得到 $t_{\text{crit},6}=2.45$ 。试验中 $t = \frac{|1-R|}{u(R)} = 0.25, t < t_{\text{crit},6}$ ，因此，回收率 R 与 1 无显著性差异，不需要使用校正因子。

2.3.10 合成相对标准不确定度 u_{rel} 根据式(10)合成各分量得到： $u_{\text{rel}}=0.038$ 。

$$u_{\text{rel}} = [u_{\text{rel}}(p)^2 + u_{\text{rel}}(m_1)^2 + u_{\text{rel}}(\text{std1})^2 + u_{\text{rel}}(\text{std2})^2 + u_{\text{rel}}(m_2)^2 + u_{\text{rel}}(\nu_d)^2 + u_{\text{rel}}(X)^2 + u_{\text{rel}}(R)^2 + u_{\text{rel}}(H)^2]^{\frac{1}{2}} \quad (10)$$

2.3.11 扩展不确定度 该测量误差的分布类型属正态分布，在置信水平为 95% 时，取 $k=2$ 。扩展不确定度 $U = u_{\text{rel}} \times k \times X = 0.038 \times 2 \times 1.46 = 0.11$ 。

2.3.12 不确定度评定结果 采用高效液相色谱法测定橙汁中酸性大红 GR 含量，检测结果表示为 $X = (1.46 \pm 0.11) \text{ mg/kg}$ ($k=2$)。

3 结论

研究所用自制阳性橙汁样品中酸性大红 GR 含量的检测结果为 $X = (1.46 \pm 0.11) \text{ mg/kg}$ ($k=2$)，通过建立数学模型，对高效液相色谱法测定橙汁中酸性大红 GR 含量可能引入的不确定度分量进行评定。评定结果表明，标准物质的纯度、标准曲线拟合和高效色谱仪分析引入的不确定度为测定过程中不确定度的主要来源。在实际检测中可以通过提高标准品纯度、控制标准曲线校准过程和定期对仪器进行维护保养，来减小测量结果的不确定度，从而提高检测结果的准确度。

参考文献

- [1] 胡亮, 罗时, 李瑞莲, 等. 心可宁胶囊中违法染色成分酸性红 73 检测方法的研究[J]. 药物分析杂志, 2019, 39(8): 1 489-1 494.
HU Liang, LUO Shi, LI Rui-lian, et al. Research on the detection methods of illegal dyeing ingredient acid red 73 in the Xinkening capsules[J]. Chinese Journal of Pharmaceutical Analysis, 2019, 39(8): 1 489-1 494.
- [2] 承晨. 超高效液相色谱串联四极杆飞行时间质谱仪检测红花中的酸性红 73 染料[J]. 海峡药学, 2017, 29(5): 58-60.

CHENG Chen. Determination of acid red 73 in safflower by ultra-performance liquid chromatography tandem quadrupole time-of-flight mass spectrometer[J]. Strait Pharmaceutical Journal, 2017, 29(5): 58-60.

- [3] 胡佳, 郭琳, 何涛. 27 批红花柠檬黄、酸性红 73、胭脂红染色及掺伪的检测[J]. 光明中医, 2016, 31(11): 1 561-1 563.
HU Jia, GUO Lin, HE Tao. Detection of tartrazine, acid red 73 and carmine in 27 patch of safflower[J]. Guangming Journal of Chinese Medicine, 2016, 31(11): 1 561-1 563.
- [4] 李婷婷, 李良, 刘莉, 等. HPLC-MS/MS 法同时检测红花药材中 9 种非法染色物[J]. 中国药房, 2017, 28(27): 3 842-3 845.
LI Ting-ting, LI Liang, LIU Li, et al. Simultaneous determination of 9 illegal dyes in carthamus tinctorius by HPLC-MS/MS[J]. China Pharmacy, 2017, 28(27): 3 842-3 845.
- [5] 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.
LU Shi-ying, ZOU Ming-qiang. The hazards of frequent inedible colorants used in foods and their detection methods[J]. China Instrumentation, 2009(8): 45-50.
- [6] 丁颖, 张召阳, 王莉, 等. 禁用偶氮染料的中间体及其毒性[J]. 上海工程技术大学学报, 2011, 25(4): 314-319.
DING Ying, ZHANG Zhao-yang, WANG Li, et al. Intermediates of banned azo dyes and their toxicity[J]. Journal of the Shanghai University of Engineering Sciences, 2011, 25(4): 314-319.
- [7] 国家市场监督管理总局总局. 食品中酸性大红 GR 的测定: BJS 202107[S]. 北京: 中国标准出版社, 2021: 2-4.
State Administration of Market Supervision. Determination of acid scarlet GR in food: BJS 202107[S]. Beijing: China Standards Press, 2021: 2-4.
- [8] 国家质量监督检验检疫总局. 化学分析测量不确定度评定: JJF 1135—2005[S]. 北京: 中国计量出版社, 2005: 5-13.
General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine. Evaluation of measurement uncertainty in chemical analysis: JJF 1135—2005[S]. Beijing: China Metrology Press, 2005: 5-13.
- [9] 中国合格评定国家认可委员会. 化学分析中不确定度的评估指南: CNAS-GL006: 2019[S]. 北京: 中国质检出版社, 2019: 7-32.
China National Accreditation Committee for Conformity Assessment. Guide for the assessment of uncertainty in Chemical Analysis: CNAS-GL006: 2019[S]. Beijing: China Quality Inspection Press, 2019: 7-32.

(下转第 167 页)