

## 实验技术与方法

## 武汉市市售灌肠类肉制品中红色2G色素非法使用现状及分析

李静娜<sup>1</sup>, 贺栋梁<sup>2</sup>, 吴晓旻<sup>1</sup>, 肖永华<sup>1</sup>, 周敦金<sup>1</sup>

(1. 武汉市疾病预防控制中心, 湖北 武汉 430015; 2. 南华大学公共卫生学院, 湖南 衡阳 421001)

**摘要:**目的 对武汉市市场销售的灌肠类肉制品中红色2G色素非法使用现状进行监测, 对其健康危害评估提供依据。方法 在全市范围内分层随机抽样, 采集超市、集贸市场及肉制品专营店出售的灌肠类食品样品156件, 采用高效液相色谱法检测, Eclipse XDB-C<sub>18</sub>色谱柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 甲醇和0.02 mol/L乙酸铵溶液为流动相进行梯度洗脱, 流速1.0 ml/min, 柱温35℃, 检测波长530 nm, 进样量10 μl。结果 23件样品检出红色2G色素, 检出率为14.74%, 含量范围0.20~5.21 mg/kg, 集贸市场检出率高于其他经营场所( $P < 0.05$ )。结论 灌肠类肉制品中红色2G色素污染现象不容忽视, 建议有关部门将其列为食品安全日常监测项目。

**关键词:**红色2G色素; 灌肠类肉制品; 高效液相色谱法; 违法添加物; 食品

中图分类号: R155.5; TS202.3 文献标识码: A 文章编号: 1004-8456(2013)04-0348-03

## Investigation and analysis on red 2G in sausage product in Wuhan city

LI Jing-na, HE Dong-liang, WU Xiao-min, XIAO Yong-hua, ZHOU Dun-jin

(Wuhan Center for Disease Control and Prevention, Hubei Wuhan 430015, China)

**Abstract: Objective** To investigate the illegal use of red 2G in sausage product and provide scientific basis for hazard analysis. **Methods** Stratified sampling was used to collect 156 sausage samples from supermarket, country fair and boutique in Wuhan urban area. The content of red 2G was determined by high performance liquid chromatography (HPLC), Chromatographic column for Eclipse XDB-C<sub>18</sub> (4.6 mm × 250 mm, 5 μm) column by using methyl alcohol and ammonium acetate (0.02 mol/L) as mobile phase with a flow rate of 1.0 ml/min at 35℃. The detector at 530 nm with a injection volume of 10 μl. **Results** Red 2G were detected in 23 sausage products and the contamination ratio was 14.74%. In positive samples, it ranged from 0.20 to 5.21 mg/kg. **Conclusion** The illegal use of red 2G in sausage was serious and we should bring it into the routine food safety monitoring project.

**Key words:** Red 2G; sausage product; HPLC; adulterant; food

红色2G(Red 2G, E 128)又名酸性红2G、酸性红1或食品红10, 是以苯胺和乙酰H酸为原料合成的偶氮类人工色素(分子式C<sub>18</sub>H<sub>13</sub>N<sub>3</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>S<sub>2</sub>), 具有着色力强、不易褪色及性质稳定等特性。2007年欧盟食品委员会基于红色2G被摄入后可产生致癌物苯胺, 已在欧盟范围内禁止使用该色素<sup>[1]</sup>, 我国《食品添加剂使用标准》(GB 2760—2011)中没有该物质<sup>[2]</sup>。2011年武汉市在监测食品合成色素检测中发现不明红色色素, 经确认为非法使用的红色2G色素<sup>[3]</sup>。为进一步了解武汉市市售灌肠类肉制品中红色2G色素的污染现状, 通过在全市范围内采集超市、集贸市场及肉制品专营店出售的灌肠类样品156件, 采用高效液相色谱法检测, 结果分析如下。

## 1 材料与方法

## 1.1 材料

## 1.1.1 样品采集

在全市范围内随机采集超市、集贸市场及专营店出售的灌肠类样品156件。

## 1.1.2 主要仪器与试剂

Waters 600E 型高效液相色谱仪、Waters 2996 型二极管阵列检测器、红色2G色素标准品(CAS: 3734-67-6, 纯度60.0%, Dr. Ehrenstorfer GmbH公司), 一级水(GB/T 6682—2008)。

## 1.2 方法

## 1.2.1 标准配制

标准品溶解后配制成100 μg/ml储备液(准确称取0.01667 g红色2G色素标准品, 用水溶解, 移入100 ml容量瓶中, 加水定容至刻度), 于4℃避光保存, 根据需要分别稀释成1.00、2.00、5.00、10.00、15.00、20.00 g/ml标准溶液系列。

收稿日期: 2013-05-16

作者简介: 李静娜 女 副主任技师 研究方向为食品安全

E-mail: lijingna65@163.com

通讯作者: 周敦金 男 主任医师 研究方向为公共卫生

E-mail: zdj@whcdc.org

### 1.2.2 样品制备<sup>[3]</sup>

样品经亚铁氰化钾和乙酸锌溶液沉淀蛋白质,乙醇氨水溶液提取色素,石油醚去除脂肪,用聚酰胺粉净化得到样品制备液。

### 1.2.3 样品分析条件

#### 1.2.3.1 色谱条件

色谱柱为 Eclipse XDB-C<sub>18</sub> (4.6 mm × 250 mm, 5 μm), 流动相为甲醇和 0.02 mol/L 乙酸铵溶液, 并按表 1 进行梯度洗脱, 流速 1.0 ml/min, 柱温 35 ℃, 检测波长 530 nm, 进样量 10 μl。

表 1 流动相梯度洗脱程序  
Table 1 The gradient of mobile phase

时间/min	0.02 mol/L 乙酸铵/%	甲醇/%
0.0	95.0	5.0
3.0	65.0	35.0
8.0	50.0	50.0
11.0	0.00	100.0
14.0	0.00	100.0
14.1	95.0	5.0
25.0	95.0	5.0

#### 1.2.3.2 定性及定量方法<sup>[3]</sup>

以目标物保留时间结合 PDA 光谱定性, 以外标法计算峰面积定量。

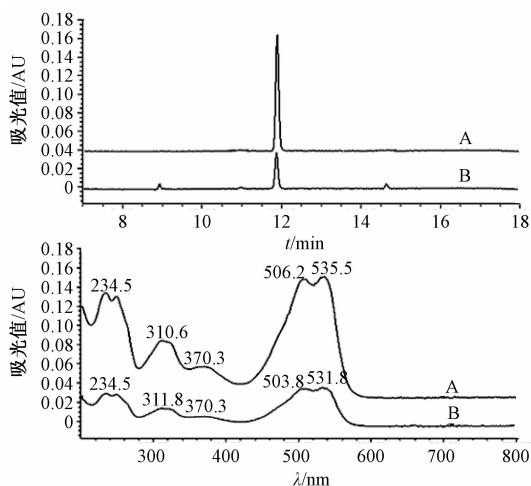
### 1.3 统计学分析

采用 SPSS 16.0 对红色 2G 色素的检出率进行  $\chi^2$  检验, 以  $P < 0.05$  为差异有统计学意义。

## 2 结果

### 2.1 标准品和阳性样品色谱及光谱图

在 1.2.3.1 色谱条件下, 红色 2G 色素在标准品和样品中的保留时间相同且光谱图一致, 结果见图 1。



注: A 为标准品溶液, B 为阳性样品

图 1 标准品和阳性样品色谱及光谱图  
Figure 1 Chromatogram and spectrogram of standard solution and positive sample

### 2.2 不同城区灌肠类肉制品中红色 2G 色素检出率

在受检的 156 件样品中, 23 件检出红色 2G 色素, 检出率 14.74%, 含量范围为 0.20 ~ 5.21 mg/kg; 其中, 远城区检出率为 16.28%, 中心城区为 14.16%, 二者差异无统计学意义 ( $\chi^2 = 0.11, P > 0.05$ ), 结果见表 2。

表 2 不同城区灌肠类肉制品中红色 2G 色素检出率  
Table 2 The detected ratio of red 2G in sausage from various district

城区	检测样品数	检出数	检出率/%
远城区	43	7	16.28
中心城区	113	16	14.16
合计	156	23	14.74

### 2.3 不同销售场所灌肠类肉制品中红色 2G 色素检出率

不同销售场所的红色 2G 色素检出率不同, 差异有统计学意义 ( $\chi^2 = 8.41, P < 0.05$ ); 超市和肉制品专营店样品检出率低于集贸市场样品, 差异均有统计学意义 ( $\chi^2_{超市} = 6.60, P < 0.05$ ;  $\chi^2_{专营店} = 4.23, P < 0.05$ ), 结果见表 3。

表 3 不同销售场所灌肠类肉制品中红色 2G 色素检出率  
Table 3 The detected ratio of red 2G in sausage from various sell-site

销售场所	检测样品数	检出数	检出率/%
超市	74	7	9.46*
专营店	34	3	8.82*
集贸市场	48	13	27.08

注: \* 为与集贸市场比较,  $P < 0.05$ 。

## 3 讨论与建议

### 3.1 检测方法

饮料、糖果等基质简单的食品中红色 2G 色素检测方法有分光光度法、HPLC 法、LC-MS 法等<sup>[4-5]</sup>, 但其样品的前处理不适合检测基质复杂的肉制品中红色 2G 色素。本研究提出了适用的样品前处理方法及 HPLC 参数设置, 实现了 1.00 ~ 20.0 μg/ml 范围内的良好线性关系 ( $r > 0.999$ ), 检出限 0.1 mg/kg, RSD 2.20% ~ 6.45%<sup>[3]</sup>, 故可认定该方法检测数据是可靠的。

### 3.2 非法使用现状

上世纪 80 年代已有研究证实红色 2G 色素具有致突变和潜在致癌作用<sup>[6]</sup>, 欧盟已禁止其成员国在食品中使用该物质, 禁用后关于红色 2G 色素在食品中的非法使用状况少见报道, 这可能与缺乏该物质的标准检测方法进而使其未成为常规监测项目有关。本调查结果表明, 该物质在武汉市市场存在一定的非法使用情况, 特别是集贸市场的检出率

明显高于其他经营场所,提示相关部门应重视食品尤其是灌肠类肉制品中红色2G色素的监管,集贸市场应成为监管重点。

### 3.3 建议

在用HPLC法检测红色2G色素时发现,其色谱峰的保留时间与我国食品添加剂允许使用品种诱惑红极为接近,在参数设置不当时可能会导致2种色素被错判,极有可能报告为诱惑红假阳性。为此,在加强红色2G色素监管并将其纳入食品中禁用物质监测体系时,有必要首先对现有色素检测方法进行规范化。

### 参考文献

[1] European Food Safety Authority. Opinion of the scientific panel on food additives, flavourings, processing aids and materials in contact with food (AFC) on the food colour Red 2G (E128) based on a

request from the Commission related to the re-evaluation of all permitted food additive [EB/OL]. [2013-03-12]. <http://www.efsa.europa.eu/en/efsajournal/pub/515.htm>.

- [2] 中华人民共和国卫生部. GB 2760—2011 食品添加剂使用卫生标准[S]. 北京:中国标准出版社,2011.
- [3] 李静娜,肖永华,张怡,等. 高效液相色谱法测定肉制品中红色2G色素[J]. 中国食品卫生杂志,2013,25(1):40-43.
- [4] Zalacain A, Ordoudis A, Blazquez I, et al. Screening method for the detection of artificial colours in saffron using derivative UV-Vis spectrometry after precipitation of crocetin [J]. Food Addit Contam, 2005, 22: 607-615.
- [5] FENG F, ZHAO Y S, YONG W, et al. Highly sensitive and accurate screening of 40 dyes in soft drinks by liquid chromatography-electrospray tandem mass spectrometry [J]. Journal of Chromatography, 2011, 879: 1813-1818.
- [6] Edwards C N, Combes R D. Studies on the mutagenicity of commercial preparations of the food colour Red 2G after purification or oxidation [J]. Mutat Res, 1983, 117(1): 127-134.

## 实验技术与方法

### 亚硝酸盐-紫外吸收光谱法测定水中的游离氯

刘向华, 石允生

(枣庄市市中区疾病预防控制中心, 山东 枣庄 277101)

**摘要:**目的 研究亚硝酸盐-紫外光谱法测定生活饮用水中游离氯含量的分析方法。方法 向含游离氯的水样管中加入1.0 ml 亚硝酸钠溶液( $\rho = 5 \text{ g/L}$ )作用30 min,依次加入1.0 ml 氨基磺酸溶液( $\rho = 10 \text{ g/L}$ )和1.0 ml 盐酸( $c = 1.0 \text{ mol/L}$ )制备样品溶液,以硝酸盐氮标准溶液制备标准溶液,在220 nm波长下同时测定样品管和标准管的吸光度值,并以此计算出水样中游离氯的含量。结果 亚硝酸钠将水中的游离氯定量地还原成了硝酸盐,其生成的量与游离氯的含量成正比( $r = 0.9998$ ),并呈等摩尔关系。方法中加入的氨基磺酸消除了过量的亚硝酸盐对测定结果的影响。在室温下,可直接取澄清水样按本法检测水中游离氯的含量。本法灵敏度为:0.05 mg/L, RSD 为1.43% ~ 10.00%,回收率为94.23% ~ 103.20%。结论 本法可用于测定生活饮用水中的游离氯的含量。

**关键词:**生活饮用水; 游离氯含量; 亚硝酸盐; 硝酸盐; 紫外吸收光谱法

中图分类号:R123.1;R155.5 文献标识码:A 文章编号:1004-8456(2013)04-0350-05

### Nitrite-Ultraviolet absorption spectrometry for the determination of free chlorine in drinking water

LIU Xiang-hua, SHI Yun-sheng

(Zaozhuang Center for Diseases Control and Prevention, Shandong Zaozhuang 277101, China)

**Abstract: Objective** To establish a method for nitrite-UV spectrometry determination of free chlorine in drinking water.

**Methods** 1.0 ml sodium nitrite solution ( $\rho = 5 \text{ g/L}$ ) was added into water sample containing free chlorinerole, reacted for 30 min, and added 1.0 ml sulfamic acid solution ( $\rho = 10 \text{ g/L}$ ) and 1.0 ml hydrochloric acid ( $C = 1.0 \text{ mol/L}$ ). Samples were detected for absorbance value at 220 nm wavelength with nitrate nitrogen as standard, and free chlorine content was calculated. **Results** Sodium nitrite was quantitatively oxidized by free chlorine into nitrate which showed an equimolar relationship ( $r = 0.9998$ ). Sulfamic acid eliminated the influence of excessive nitrite. This method could be applied for direct determination of water sample at room temperature. The limit of quantification was 0.05 mg/L with RSD 1.43% ~