

[9] JING Y, XIANG H W, YA X S, et al. Assessment of the determination of azodicarbonamide and its decomposition product

semicarbazide: investigation of variation in flour and flour products [J]. J Agric Food Chem, 2011, 59(17): 9313-9318.

实验技术与方法

超高效液相色谱法同时测定调味品中非法添加 20 种工业染料

王艳春, 李博, 刘晓峰

(北京市通州区疾病预防控制中心, 北京 101100)

摘要: 目的 建立超高效液相色谱方法同时测定调味品中 20 种工业染料含量。方法 采用 Endeavorsil C₁₈ (100 mm × 2.1 mm, 1.8 μm) 色谱柱, 以 0.1% 甲酸的 20 mmol/L 乙酸胺水溶液-甲醇为流动相体系进行梯度洗脱, 分别在波长为 450、520 和 600 nm 处检测。结果 方法的线性范围: 2~40 μg/ml, $r \geq 0.999$, 20 种工业染料的定量检出限为 0.07~0.75 mg/kg; 20 种组分的平均回收率 72.3%~93.0%, 相对标准偏差 1.0%~6.2% ($n=6$)。结论 本方法快速、准确, 灵敏, 可用于同时测定调味品中 20 种非法添加的工业染料。

关键词: 超高效液相色谱; 调味品; 工业染料; 食品安全; 违法添加

中图分类号: R155.5; TS254 文献标志码: A 文章编号: 1004-8456(2014)05-0451-05

DOI: 10.13590/j.cjfh.2014.05.011

Simultaneous determination of 20 kinds of illegally added industrial dye in condiments by UPLC

WANG Yan-chun, LI Bo, LIU Xiao-feng

(Tongzhou Center for Disease Prevention and Control, Beijing 101100, China)

Abstract: Objective To determine 20 kinds of industrial dyes simultaneously in condiments with ultra high performance liquid chromatography (UPLC). **Methods** Samples were separated on a Endeavorsil C₁₈ (100 mm × 2.1 mm, 1.8 μm) chromatographic column and gradient eluted of 20 mmol/L ammonium acetate aqueous solution (containing 0.1% formic acid) methyl alcohol. The wavelength of the detector was at 450, 520 and 600 nm. **Results** The calibration curve showed good linearity in the range of 2~40 μg/ml, and the correlation coefficients were better than 0.999. The limits of detection were in the range of 0.07~0.75 mg/kg. The recoveries of standard addition at three levels was 72.3%~93.0% and the RSD ($n=6$) was 1.0%~6.2%. **Conclusion** The method was sensitive and accurate, it could be used for the detection of the 20 kinds of industrial dyes in condiments simultaneously.

Key words: Ultra performance liquid chromatography; condiment; industrial dye; food safety; illegal to add

工业染料一般是指在工业生产中用于着色(如将纺织品、皮毛制品、木制品以及陶瓷制品上色等)的各种染料。目前广为熟悉的工业染料包括:罗丹明 B、苏丹橙 G、苏丹黄、对位红、苏丹红 G、苏丹 I、苏丹 II、苏丹 III、苏丹 IV^[1-2]、红 2G、碱性橙 2、碱性橙 21、碱性橙 22、酸性橙 II、酸性金黄^[3-7]、孔雀石绿、结晶紫、苏丹 7B、苏丹黑、溶剂蓝 35 等。工业染料对人体具有危害性, 有些甚至有“三致”(致畸、致癌、致突变)作用。因此 2008

年 12 月卫生部发布的《食品中可能违法添加的非食用物质和易滥用的食品添加剂品种名单(第一批)》中明确将工业染料列入非食用物质。严令禁止添加到食品中的, 要求加大监测力度, 因此建立调味品中工业染料的检测方法十分必要, 对保障老百姓食品安全具有预警作用。目前文献报道^[1-4]的方法主要有液相色谱法; 液相色谱质谱联用法^[8]; 气相色谱质谱联用法等。由于工业染料的种类比较多, 不法经营者使用的染料也不尽相同, 而目前国标方法和文献报道的检测方法, 大多只能用于测定其中的一至四种化合物, 为此, 本研究建立了一种采用超高效液相色谱法梯度洗脱, 能够同时测定 20 种工业染料的方法, 方法的灵敏度高, 重现性好, 方便快捷。

收稿日期: 2014-06-03

基金项目: 北京市通州区科技项目(kj2013qx009)

作者简介: 王艳春 女 副主任技师 研究方向为理化检验

E-mail: wangyanchun1221@163.com

1 材料与方法

1.1 主要仪器与试剂

UPLC-20AXR 高效液相色谱仪(配二极管阵列 PAD 检测器及自动进样系统,日本岛津),电子天平,离心机,超声震荡器。

罗丹明 B(编号:45170)、苏丹橙 G(编号:11920)、苏丹黄(编号:12700)、对位红(编号:12070)、苏丹红 G(编号:12150)、苏丹 I(编号:12055)、苏丹 II(编号:12140)、苏丹 III(编号:26100)、苏丹 IV(编号:26105)、红 2G(编号:E128)、碱性橙 2(编号:11270)、碱性橙 21(编号:48035)、碱性橙 22(编号:48040)、酸性橙 II(编号:15510)、酸性金黄(编号:13065)、孔雀石(编号:42000)、结晶紫(编号:42555)、苏丹 7B(编号:26050)、苏丹黑(编号:26150)、溶剂蓝 35(编号:61554)均购自美国迪马(纯度≥96%),丙酮、氯仿均为色谱纯,乙酸铵(分析纯),试验用水均为超纯水。

标准储备液:分别准确称取各标准品 0.01 g,苏丹 7B、苏丹 II 于 25 ml 棕色容量瓶,配制成 $\rho = 0.40 \text{ mg/ml}$ 的标准储备液单标;其余标准品于 10 ml 棕色容量瓶,配制成 $\rho = 1.00 \text{ mg/ml}$ 的标准储备液单标;其中红 2G、碱性橙 21、碱性橙 2、酸性橙 II、酸性金黄、罗丹明 B、结晶紫各以 1:1(V/V)甲醇水定容;苏丹橙 G、苏丹黄、苏丹黑、溶剂蓝 35、孔雀石绿各以纯甲醇定容;对位红、苏丹红 G、苏丹 I、苏丹 II、苏丹 III、苏丹 IV、苏丹 7B 各以三氯甲烷定容。

标准使用液:分别吸取各组分标准储备液适量至 25 ml 容量瓶中以甲醇定容至刻度,配制成浓度为 40 $\mu\text{g/ml}$ 的混合标准液见表 1,冰箱冷冻保存,有效期 1 个月。

表 1 工业染料各组分储备液及使用液浓度

Table 1 Concentrations of stock solution and working solution of each industrial dye component

分组	工业染料组分	储备液浓 /(mg/ml)	使用液浓 度/($\mu\text{g/ml}$)
第一组	红 2G、碱性橙 2、碱性橙 21、碱性橙 22、酸性橙 II、酸性金黄、罗丹明 B、苏丹橙 G、苏丹黄、对位红、苏丹红 G、苏丹 I、苏丹 II、苏丹 III、苏丹 IV、孔雀石绿、结晶紫	1.00	40
第二组	苏丹 7B、苏丹 II	0.40	40
第三组	苏丹黑、溶剂蓝 35	1.00	80

1.2 方法

1.2.1 样品处理

称取辣椒及其制品、花椒及其制品、茴香、大料、五香粉等调味品 1.00~2.00 g 粉碎样品至 20 ml 带刻度离心管,加入丙酮-水(9:1, V/V)^[8]溶液 10 ml,震荡混匀 30 min 后,8 000 r/min 离心 10 min,取上清液用 0.22 μm 滤膜过滤后上机测定。

1.2.2 标准曲线的制备

将标准使用液按表 2,配制丙酮-水(9:1, V/V)标准系列,定容至 10 ml,对应浓度见表 2。

表 2 20 种工业染料各组分标准系列

Table 2 Standard Series of each industrial dye component

分组	标准系列	标准液浓度/($\mu\text{g/ml}$)				
		1	2	3	4	5
第一组	红 2G、碱性橙 2、碱性橙 21、碱性橙 22、酸性橙 II、酸性金黄、罗丹明 B、苏丹橙 G、苏丹黄、对位红、苏丹红 G、苏丹 I、苏丹 II、苏丹 III、苏丹 IV、孔雀石绿、结晶紫、苏丹 7B	2.0	4.0	8.0	16.0	40.0
第二组	苏丹黑、溶剂蓝 35	4.0	8.0	16.0	20.0	40.0

1.2.3 液相色谱条件

流动相 A 为含 0.1% 甲酸的 20 mmol/L 乙酸胺水溶液,流动相 B 为甲醇,流速 0.3 ml/min,色谱柱:Endeavorsil C₁₈(100 mm×2.1 mm,1.8 μm)^[10],柱温箱 35 °C,进样量 1 μl 。梯度洗脱程序见表 3。

表 3 工业染料液相色谱梯度洗脱程序

Table 3 LC gradient elution procedure for industrial dyes

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0.01	82	18
20.00	61.5	38.5
31.00	40	60
37.00	10	90
41.00	10	90
41.10	82	18

1.2.4 定性及定量

分别取标准和样品各 1 μl 进样,超高效液相色谱法测定以保留时间和扫描光谱图定性,外标法定量。样品中工业染料含量按下式进行计算:

$$X = \frac{A \times c \times V}{A_s \times m} f$$

式中:X 为试样中各组分工业染料的含量,mg/kg;A 为测定样品中各组分工业染料对应峰面积;As 为标准溶液中各组分工业染料对应的峰面积;c 为标准溶液中各组分工业染料的浓度, $\mu\text{g/ml}$;V 为样品定容体积,ml;m 为样品质量,g;f 为稀释倍数。

2 结果与分析

2.1 流动相的选择

2.1.1 流动相中乙酸铵的选择

流动相中的乙酸铵对碱性橙 2、碱性橙 21、碱性橙 22、酸性橙 II、酸性金黄的影响比较大。分别以 0.1% 甲酸水溶液、0.1% 甲酸的 10 mmol/L 乙酸铵水溶液、0.1% 甲酸的 20 mmol/L 乙酸铵水溶液、0.1% 甲酸的 30 mmol/L 乙酸铵水溶液为流动相进行比较, 发现在 0.1% 甲酸水溶液的时候, 只有碱性橙 2、碱性橙 21、碱性橙 22 出峰且拖尾严重, 酸性橙 II、酸性金黄都没有出峰, 乙酸铵的加入可以改善峰型, 并且酸性橙 II、酸性金黄出峰, 在 10、30 mmol/L 乙酸铵水溶液时有些组分峰仍无法完全分离, 而在 20 mmol/L 乙酸铵水溶液为流动相时各组分峰分离得比较理想。因此选择 0.1% 甲酸的 20 mmol/L 乙酸铵水溶液为流动相。

2.1.2 流动相中有机相的选择

在试验梯度洗脱过程中, 分别选择乙腈、甲醇作为流动相中的有机相。两种有机相都能满足试验要求, 但考虑到乙腈是有毒试剂, 对人体危害大, 因此选择甲醇作为流动相中的有机相。

2.2 检测波长的选择

根据 20 种工业染料的紫外光谱图, 选择在 450 nm 条件下检测碱性橙 2、碱性橙 21、酸性橙 II、碱性橙 22、酸性金黄、苏丹橙 G、苏丹黄、对位红、苏丹 I; 在 520 nm 条件下检测红 2G、罗丹明 B(也称碱性玫瑰精)、苏丹红 G、苏丹 II、苏丹 III、苏丹 7B、苏丹 IV; 在 600 nm 条件下检测孔雀石绿、结晶紫、溶剂蓝 35、苏丹黑。并且建立了 20 种组分的紫外光谱的谱库^[9], 在测定样品时可以用于匹配标准色谱图, 见图 1~3。

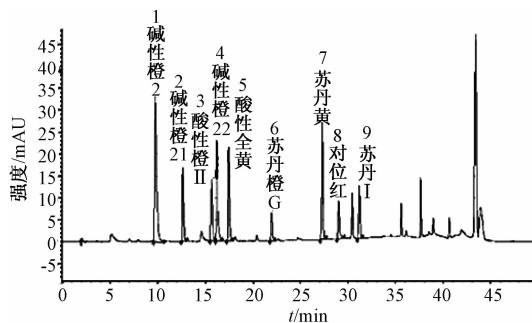


图 1 450 nm 处 9 种工业染料标准图谱

Figure 1 Standard chromatograms of 9 industrial dyes at 450 nm

2.3 样品提取液的选择

红 2G、碱性橙 21、碱性橙 2^[6-7]、酸性橙 II、酸性金黄^[10]、罗丹明 B、结晶紫易溶于水和乙醇, 微溶于丙酮; 苏丹橙 G、苏丹黄、苏丹黑、溶剂蓝 35、孔雀石绿、对位红、苏丹红 G、苏丹 I、苏丹 II、苏丹 III、苏

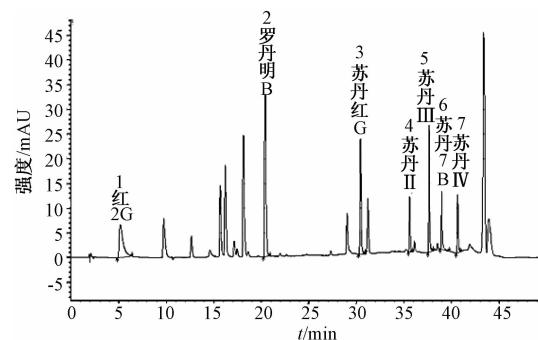


图 2 520 nm 条件下 7 种工业染料标准图谱

Figure 2 Standard chromatograms of 7 industrial dyes at 520 nm

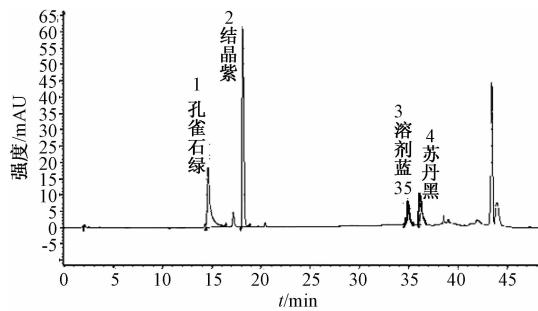


图 3 600 nm 条件下 4 种工业染料标准图谱

Figure 3 Standard chromatograms of 4 industrial dyes at 600 nm

丹 IV、苏丹 7B 不溶于水, 易溶于有机溶剂。文献^[5,9-10]报道常用甲醇、乙腈、正己烷和丙酮提取。因此在试验中选择用乙腈-水 (9:1, V/V)、丙酮-水 (9:1, V/V)、甲醇-水 (9:1, V/V) 对已知被测组分进行提取, 乙腈-水和丙酮-水提取效果明显高于甲醇-水, 考虑乙腈溶剂的毒性因此选择丙酮-水 (9:1, V/V) 作为样品提取液。

2.4 方法线性范围、回归方程、定性限及定量限

将仪器各参数调至最佳工作状态, 测定空白样品以 3 倍信噪比计算方法定性检出限, 以 10 倍信噪比计算方法定量检出限。20 种工业染料线性范围在 2~40 μg/ml 范围内被测组分浓度与响应值成良好的线性关系, 本方法 20 种工业染料回归方程、相关系数、定性限及定量限见表 4。可知, 染料线性范围在 2~40 g/ml 范围内被测组分浓度与响应值成良好的线性关系, 方法定性检出限为 0.021~0.23 mg/kg, 定量检出限为 0.07~0.75 mg/kg, 满足试验的要求。

2.5 回收率和 RSD 测定

往辣椒粉(或是花椒及其制品、茴香、大料、五香粉等均可)空白样品中分别加入 20 种工业染料标准品配成 5、15、30 μg/ml 不同浓度的加标样品, 每个浓度的加标样品配成 6 个平行样分别测定后取平均值分别为测定值 1、测定值 2、测定值 3, 计算平均回收率并运用统计学方法计算相对标准偏差, 结果见表 5。可见, 20 种工业染料的平均回收率为

表4 20种非法添加工业染料回归方程和检出限

Table 4 Regression equations and detection limits of 20 illegally added industrial dyes

组分名称	线性范围 /(μg/ml)	回归方程	相关系数 r	方法定性限 /(mg/kg)	方法定量限 /(mg/kg)
红2G	2.0~40.0	$y = 0.00009912x + 1.162$	0.9994	0.190	0.64
碱性橙2	2.0~40.0	$y = 0.0001129x + 0.6533$	0.9999	0.048	0.16
碱性橙21	2.0~40.0	$y = 0.00003985x + 0.8223$	0.9997	0.082	0.27
孔雀石绿	2.0~40.0	$y = 0.00004288x + 1.165$	0.9995	0.052	0.17
酸性橙II	2.0~40.0	$y = 0.0001316x + 0.6138$	0.9999	0.094	0.31
碱性橙22	2.0~40.0	$y = 0.00007794x + 0.6769$	0.9999	0.058	0.19
酸性金黄	2.0~40.0	$y = 0.00008810x + 0.5512$	0.9999	0.061	0.20
结晶紫	2.0~40.0	$y = 0.00002955x + 0.5934$	0.9999	0.021	0.07
罗丹明B	2.0~40.0	$y = 0.00005154x + 0.5836$	0.9999	0.036	0.12
苏丹橙G	2.0~40.0	$y = 0.0002971x + 0.6339$	0.9999	0.180	0.59
苏丹黄	2.0~40.0	$y = 0.00007921x + 0.6254$	0.9999	0.042	0.14
对位红	2.0~40.0	$y = 0.0002125x + 1.057$	0.9995	0.140	0.45
苏丹红G	2.0~40.0	$y = 0.00009417x + 0.5585$	0.9999	0.055	0.18
苏丹I	2.0~40.0	$y = 0.0001620x + 0.7446$	0.9998	0.094	0.31
溶剂蓝35	4.0~40.0	$y = 0.002138x + 1.435$	0.9992	0.097	0.32
苏丹II	2.0~40.0	$y = 0.0002600x + 0.6802$	0.9999	0.085	0.28
苏丹黑	4.0~40.0	$y = 0.001424x + 1.927$	0.9992	0.230	0.75
苏丹III	2.0~40.0	$y = 0.0001288x + 0.8502$	0.9993	0.220	0.71
苏丹7B	2.0~40.0	$y = 0.0002132x + 1.386$	0.9994	0.070	0.23
苏丹IV	2.0~40.0	$y = 0.0002168x + 1.069$	0.9993	0.140	0.47

表5 20种非法添加工业染料回收率和 RSD(n=6)

Table 5 Recovery and precision of 20 illegally added industrial dyes

组分名称	加标值1 /(μg/ml)	测定值1 /(μg/ml)	平均回 收率/%	RSD /%	加标值2/ (μg/ml)	测定值2/ (μg/ml)	平均回 收率/%	RSD /%	加标值3 /(μg/ml)	测定值3 /(μg/ml)	平均回 收率/%	RSD /%
红2G	5	4.36	87.2	1.8	15	13.4	89.3	1.5	30	23.2	77.3	1.7
碱性橙2	5	4.45	89.0	1.7	15	12.6	84.0	1.4	30	23.9	79.7	1.5
碱性橙21	5	4.50	90.0	2.0	15	13.2	88.0	1.9	30	24.1	80.3	1.8
孔雀石绿	5	4.65	93.0	2.3	15	12.5	83.3	2.5	30	21.9	73.0	2.0
酸性橙II	5	4.32	86.4	6.2	15	12.9	86.0	4.5	30	23.6	78.7	3.5
碱性橙22	5	4.24	84.8	1.8	15	13.3	88.7	2.0	30	22.5	75.0	1.1
酸性金黄	5	4.15	83.0	4.5	15	12.8	85.3	3.8	30	22.2	74.0	3.3
结晶紫	5	4.05	81.0	2.1	15	11.7	78.0	2.5	30	24.3	81.0	2.0
罗丹明B	5	4.35	87.0	1.8	15	12.4	82.7	1.2	30	24.0	80.0	1.3
苏丹橙G	5	4.30	86.0	1.5	15	12.3	82.0	1.0	30	22.8	76.0	1.2
苏丹黄	5	4.37	87.4	1.1	15	12.2	81.3	1.7	30	22.3	74.3	1.5
对位红	5	4.26	85.2	2.2	15	11.9	79.3	2.1	30	22.6	75.3	2.0
苏丹红G	5	4.43	88.6	3.3	15	12.7	84.7	3.0	30	23.7	79.0	2.3
苏丹I	5	4.24	84.8	2.0	15	12.3	82.0	2.1	30	22.9	76.3	1.8
溶剂蓝35	5	4.12	82.4	4.0	15	12.4	82.7	3.5	30	21.7	72.3	3.0
苏丹II	5	4.16	83.2	1.8	15	11.7	78.0	1.7	30	22.1	73.7	1.5
苏丹黑	5	4.42	88.4	4.3	15	12.6	84.0	4.0	30	23.6	78.7	3.1
苏丹III	5	4.33	86.6	1.9	15	12.1	80.7	2.1	30	23.1	77.0	1.6
苏丹7B	5	4.26	85.2	2.3	15	12.0	80.0	2.4	30	22.8	76.0	2.0
苏丹IV	5	4.21	84.2	2.0	15	11.8	78.7	1.8	30	22.2	74.0	1.4

72.3%~93.0%，相对标准偏差1.0%~6.2%满足试验的要求。

3 小结

用超高效液相色谱法同时测定调味品中20种工业染料含量的方法：在线性范围为2~40 μg/ml被测组分浓度与响应值成良好的线性关系， $r \geq 0.999$ 。方法定性检出限为0.021~0.23 mg/kg，定量检出限为0.07~0.75 mg/kg。20种工业染料的

平均回收率为72.3%~93.0%，RSD为1.0%~6.2%满足试验的要求。本方法简便快捷、准确、灵敏，可用于同时测定食品中20种非法添加的工业染料含量的测定。

参考文献

- [1] 国家质量监督检验检疫总局.GB/T 19681—2005 食品中苏丹红的检测方法-高效液相色谱法[S].北京:中国标准出版社,2005.

- [2] 苏小川,黄梅,甘宾宾,等.调味品辣椒粉和腌料中苏丹染料的GC-MS分析[J].中国卫生检验杂志,2005,15(9):1073-1074.
- [3] 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.
- [4] 卢彩霞,陈艳,李永波.高效液相色谱法测定豆制品中酸性橙Ⅱ和酸性金黄[J].实用医技杂志,2006,13(15):2594-2595.
- [5] 赵榕,赵海燕,李兵,等.建立同时测定调味品中非法添加的4种工业染料的SPE-UPLC-MS/MS法研究[J].中国食品卫生杂志,2009,21(5):410-414.
- [6] 谭莹,吴平谷,张晶,等.HPLC法测定辣椒中碱性橙的含量[J].中国卫生检验杂志,2010,20(3):522-524.
- [7] 杨琳,陈青俊,丁献荣,等.高效液相色谱法测定食品中3种碱性橙含量[J].理化检验(化学分册),2011,23(7):768-770.
- [8] 曹鹏,乔旭光,娄喜山,等.固相萃取结合超高效液相色谱-串联质谱法同时检测食品中的6种工业染料[J].分析化学,2011,25(11):1670-1675.
- [9] 赵海燕,赵榕,李兵,等.HPLC同时测定调味料中非法添加多组分工业染料的方法研究[J].中国食品卫生杂志,2011,23(6):527-531.
- [10] 王竹天,杨大进.调味品中碱性橙、碱性玫瑰精、酸性橙Ⅱ及酸性金黄四种工业染料测定的标准操作程序[M].食品中化学污染物及有害因素监测技术手册,北京:中国标准出版社,2011.

实验技术与方法

磺胺二甲嘧啶间接竞争化学发光酶免疫分析法的建立及应用

马玲¹,韦建兴¹,陆忠础²,唐承明³,李辉²,李智红²,张怡轩¹,甘浪帆²,吴健敏¹

(1. 广西壮族自治区兽医研究所,广西南宁 530001; 2. 南宁市动物卫生监督所,广西南宁 530001;
3. 广西壮族自治区兽药监察所,广西南宁 530001)

摘要:目的 建立一种更加灵敏的磺胺二甲嘧啶(SM_2)免疫学检测方法。方法 本研究制备抗 SM_2 单克隆抗体(SM_2 -mAb),用于建立 SM_2 间接竞争化学发光酶免疫分析法(SM_2 -CLEIA),并检测主要动物食品中 SM_2 残留。结果 本研究制备的 SM_2 -mAb为IgG_{2b}亚类,亲和常数为 0.12×10^7 L/mol; SM_2 -CLEIA曲线在 $0.1 \sim 1000 \mu\text{g/L}$ 之间呈现良好的线性关系,相关系数 $r^2 = 0.9904$,半数抑制浓度(IC_{50})为 $4.006 \mu\text{g/L}$,检测限为 $0.174 \mu\text{g/L}$,添加回收率为 $94.41\% \sim 104.40\%$,批内和批间变异系数分别为 3.07% 和 8.22% ,与磺胺类等药物无交叉反应,与 SM_2 -ELISA试剂盒的阴阳性符合率为 100% 。结论 建立了灵敏、特异、准确、检测范围宽的 SM_2 -CLEIA检测方法。

关键词:磺胺二甲嘧啶;间接竞争化学发光酶免疫分析法;兽药残留;检测

中图分类号:R155;S859.79⁺⁶ **文献标志码:**A **文章编号:**1004-8456(2014)05-0455-06

DOI:10.13590/j.cjfh.2014.05.012

Development and application of indirect competitive chemiluminescence immunoassay for detecting sulfadimidine residue

MA Ling, WEI Jian-xing, LU Zhong-chu, TANG Cheng-ming, LI Hui, LI Zhi-hong,

ZHANG Yi-xuan, GAN Lang-fan, WU Jian-min

(Guangxi Veterinary Research Institute, Guangxi Nanning 530001, China)

Abstract: Objective To develop a more sensitive immunologic method for SM_2 detection. **Methods** An indirect competitive chemiluminescence immunoassay was established with SM_2 monoclonal antibody, and was used to detect the SM_2 residue in animal derived foods. **Results** The results indicated that the SM_2 -mAb belongs to subclass of IgG_{2b}, and its affinity constant was 0.12×10^7 L/mol. The detection limit of SM_2 -CLEIA was $0.174 \mu\text{g/L}$ with the linear range of 0.1 to $1000 \mu\text{g/L}$ ($r^2 = 0.9904$), and IC_{50} was $4.006 \mu\text{g/L}$. The recoveries were from 94.41% to 104.40% . The variability within and between batches were 3.07% and 8.22% , respectively. There was no significant cross reaction between SM_2 -

收稿日期:2014-07-02

基金项目:广西壮族自治区科技厅基本科研业务专项(桂科专项12-4);南宁市科学研究与技术开发计划-科技创新能力与条件建设项目
(201102047B)

作者简介:马玲 女 助理研究员 研究方向为分子免疫学与传染病学 E-mail:maling0120@sohu.com

通讯作者:吴健敏 女 研究员 研究方向为分子病毒学与动物传染病 E-mail:wu-jm20@163.com