

食品中苏丹红染料检测的固相萃取方法 (Doprah™ ALN)

一、实验目的

本实验利用固相萃取法作为样品的前处理方法，HPLC法作为检测手段。该方法可简化样品的前处理过程，节省有机溶剂的用量。

二、实验目标物

苏丹红 I (CAS:842-07-9)，苏丹红 II (CAS:3118-97-6)，苏丹红 III (CAS:85-86-9)，苏丹红 IV (CAS:85-83-6)。

三、应用范围

本方法适用于食品中苏丹红染料的HPLC检测及确证。

四、参考标准

推荐性国家标准《GB/T 19681-2005 食品中苏丹红染料的检测方法高效液相色谱法》。

五、实验材料

月旭 Doprah™ ALN固相萃取柱500mg/3mL。

六、实验方法

1、样品提取

称取均质试样2.0g试样(精确至0.001g)于50mL离心管中，加入20mL正己烷，超声5min，过滤，用10mL正己烷洗涤残渣数次，至洗出液无色，合并正己烷液，用旋转蒸发仪浓缩至5mL以下。

2、SPE柱净化

(1)活化：向氧化铝柱小柱中加入6.0mL正己烷活化。

(2)上样和洗脱：在柱中保持正己烷液面为2mm左右时上样，立即倒入上述待净化溶液，用正己烷少量多次淋洗浓缩瓶，一并注入层析柱，待样液完全流出后，视样品中含油杂质的多少用10-30mL正己烷洗柱，直至流出液无色，弃去全部正己烷淋洗液，用含5%丙酮的正己烷液60mL洗脱，并收集洗脱液。

(3)重新溶解：50℃缓慢氮气流条件下吹至近干，用丙酮转移并定容至5mL，经0.45μm有机滤膜过滤后上液相色谱仪测定。

3、HPLC条件

色谱柱：XR-ODS II C18(2.0mmX75mmX2.2μm)

流动相：A[0.1%甲酸水溶液-乙腈=85:15]；B[0.1%甲酸的乙腈溶液]；丙酮=80:20] 梯度洗脱

表1 梯度洗脱条件

时间/min	A(%)	B(%)
0.00	25	75
1.50	25	75
4.00	100	0
8.00	100	0
8.01	25	75
13.00	Stop	

流速：1mL/min

柱温：30℃

进样体积：10μL

七、实验结果

1、10ppb甜橙基质中苏丹红染料的添加回收结果

加标回收率均大于80%，平行样间标准偏差小于5%，符合标准要求。

表2 10ppb甜橙基质中苏丹红染料的添加回收结果

名称 \ 回收率(%)	1	2	3	平均回收率(%)	RSD(%)
苏丹红 I	90.24	95.67	94.35	93.42	3.03
苏丹红 II	92.56	95.98	99.13	95.89	3.43
苏丹红 III	95.49	99.84	90.19	95.17	5.08
苏丹红 IV	90.59	95.16	101.23	95.66	5.58

2、空白样品添加苏丹红染料残留物色谱图

