

辣椒油中苏丹红染料的检测方法 (Doprah™ ALN)

一、实验目的

本研究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，节省有机溶剂的使用，操作简便。

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检测的HPLC检测及确证。

四、参考标准

参考国家标准《GB 19681-2005 食品安全国家标准 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™ 中性氧化铝柱1g/6ml。

六、实验方法

1、样品提取

称取0.5g (准确至0.001) 辣椒油样品，加正己烷5ml涡动混合10s，待检测。

2、SPE柱净化

(1)活化：中性氧化铝柱用10 mL正己烷活化，柱中保持正己烷液面2mm。

(2)上样和洗脱：取待测液，通过保持柱中正己烷液面2mm左右时上样，控制流速，全过程不使柱干涸，弃去滤液。取30 mL正己烷淋洗柱，弃去淋洗液。取40 mL 20%丙酮正己烷溶液洗脱，收集洗脱液。

(3)重新溶解：洗脱液于40℃氮气吹干，加正己烷1.0 mL溶解残余物，滤膜过滤，供高效液相色谱测定。

3、HPLC条件

设备：Waters alliance 2690

检测器：Waters 2487 双波长检测器；检测波长：478nm

色谱柱：Welch Ultimate XB-C18 (4.6*250mm)

流动相：A乙腈 B[0.1mol/L甲酸水溶液] 梯度洗脱

表1 梯度洗脱条件

时间/min	A/%	B/%
0	85	15
5	85	15
7	95	5
21	95	5
22	85	15
27	85	15

流速：1mL/min
柱温：30℃
进样体积：20 μL

七、脱色效果

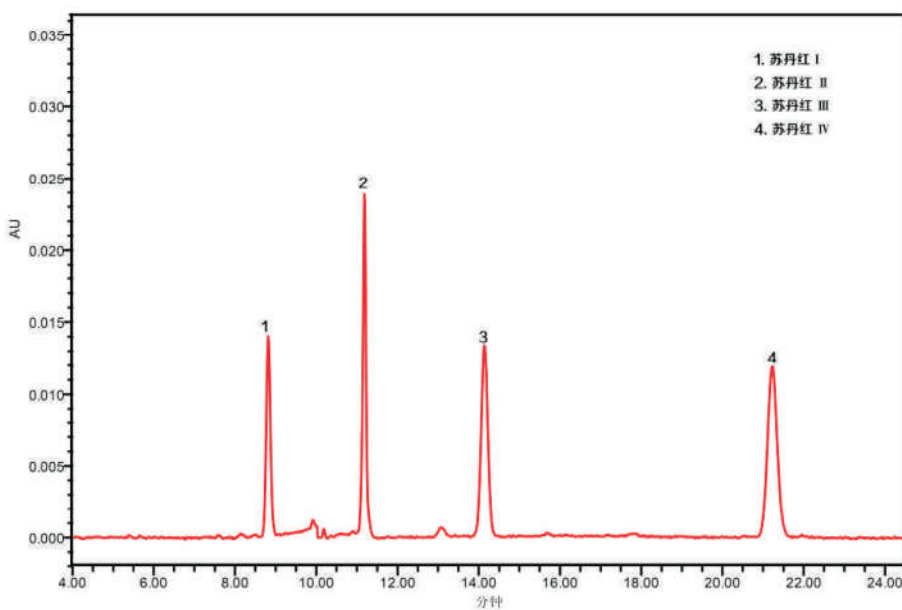
图1 2ppm辣椒油基质中苏丹红的添加回收结果

加标回收率均大于90%，RSD值小于5，符合标准要求。

表2 2ppm辣椒油基质中苏丹红的添加回收结果

时间/min	1/%	2/%	3/%	平均回收率/%	RSD/%
苏丹红 I	100.6	104.45	104.7	103.25	2.23
苏丹红 II	90.45	93.55	95.45	93.15	2.71
苏丹红 III	96.5	100.15	104.8	100.5	4.14
苏丹红 IV	103.5	103.05	100.5	102.35	1.58

2、空白样品添加四环素残留物色谱图



辣椒粉中苏丹红染料的检测方法

(Doprah™ ALN)

一、实验目的

本研究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，节省有机溶剂的使用，操作简便。

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

本方法适用于辣椒粉中苏丹红染料的检测的HPLC检测及确证。

四、参考标准

参考国家标准《GB 19681-2005 食品安全国家标准 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™ 中性氧化铝柱500mg/6mL。

六、实验方法

1、样品提取

称取1g辣椒粉（准确至0.001）样品，加正己烷10 mL超声10min，过滤，用正己烷洗涤残渣数次，至洗出液无色，合并正己烷，旋蒸浓缩至5 mL以下，待检测。

2、SPE柱净化

(1)活化：中性氧化铝柱用10 mL正己烷活化，柱中保持正己烷液面2 mm。

(2)上样和洗脱：取待测液，通过保持柱中正己烷液面2 mm左右时上样，控制流速，用少量正己烷洗涤浓缩瓶数次，全过程不使柱干涸，弃去滤液。取10 mL正己烷淋洗柱，弃去淋洗液。取15 mL 20%丙酮正己烷溶液洗脱，收集洗脱液。

(3)重新溶解：洗脱液于40°C氮气吹干，加正己烷1.0 mL溶解残余物，滤膜过滤，供高效液相色谱测定。

3、HPLC条件

设备：Waters alliance 2690

检测器：Waters 2487 双波长检测器；检测波长：478nm

色谱柱：Welch Ultimate XB-C18 (4.6*250mm)

流动相：A:乙腈 B:[0.1mol/L甲酸水溶液] 梯度洗脱

表1 梯度洗脱条件

时间/min	A/%	B/%
0	85	15
5	85	15
7	95	5
21	95	5
22	85	15
27	85	15

流速：1mL/min
柱温：30℃
进样体积：20 μL

七、脱色效果

图1 2ppm辣椒粉基质中苏丹红的添加回收结果

加标回收率均大于85%，符合标准要求。

表2 2ppm辣椒粉基质中苏丹红的添加回收结果

时间/min	1/%	2/%	3/%	平均回收率/%	RSD/%
苏丹红 I	0.907	0.91	0.967	92.8	3.64
苏丹红 II	1.061	0.955	1.004	100.7	4.87
苏丹红 III	0.998	0.944	0.985	97.6	2.89
苏丹红 IV	0.842	0.888	0.92	88.3	4.44

2、空白样品添加四环素残留物色谱图

