

辣椒粉中苏丹红的测定 (CLB 苏丹红专用净化柱)

一、样品提取

准确称取辣椒粉样品 1.0 g (精确至 0.01 g)，加入 10 mL 乙腈，涡旋混匀，超声提取 10 min，8000 r/min 离心 3 min，取上清液于另一干净离心管中，重复上述操作一次，合并两次提取液，取其中 10 mL 50°C 下氮吹至 5 mL 以下，加入等体积 0.5 mol/L 氢氧化钠溶液，再加入适量纯净水 (约 1~2 毫升)，涡旋混匀，待净化。

二、样品净化

配制平衡液：取一定量乙腈，加入等体积 2% 氢氧化钠水溶液，再加入适量超纯水，直至混匀成均相体系，不分层，此为平衡液。

净化小柱：CNB 苏丹红专用净化柱

活化和平衡：乙腈 6 mL，平衡液 5 mL 依次过柱

上样：将样品提取后的待净化液过柱，并用平衡液 5 mL 分两次冲洗离心管，一并过柱

淋洗：先加超纯水 6 mL 过柱淋洗，再加入乙腈淋洗，直至淋洗流出液呈无色，最后加入乙酸乙酯 5 mL 淋洗

洗脱：5 mL 5% 甲酸乙酸乙酯溶液洗脱

收集全部洗脱液，50°C 下氮吹至干，用 1 mL 乙腈复溶，过 PTFE 膜，待上机。

三、仪器条件

仪器：UltiMate 3000 (ThermoFisher Scientific)，配 DAD 检测器

色谱柱：Agilent ZORBAX SB-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)

流动相：乙腈 / 0.2% 磷酸水 = 95/5 (V/V)

流速：1 mL/min

柱温：30°C

进样量：20 μL

检测波长：478 nm、520 nm

四、实验结果

表 1 辣椒粉中苏丹红加标回收实验结果

目标物	加标浓度 (mg/kg)	平均回收率 (%)	RSD (% , n=3)
苏丹红 I	0.2	83.36	1.80
	0.5	91.86	1.16
	1.0	94.04	3.39
苏丹红 II	0.2	100.3	2.33
	0.5	100.8	2.39
	1.0	98.91	2.86
苏丹红 III	0.2	91.10	4.78
	0.5	99.73	1.64
	1.0	96.23	2.69
苏丹红 IV	0.2	92.06	1.97
	0.5	97.13	1.07
	1.0	92.76	2.11

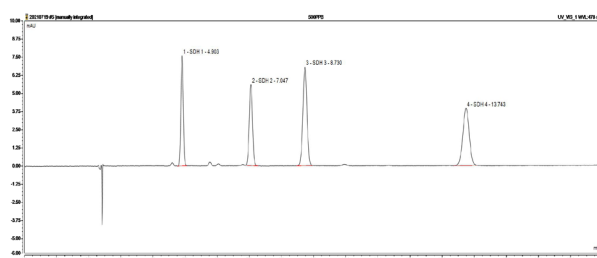


图 1 浓度为 500 µg/L 的苏丹红标准品液相色谱图 (478 nm)

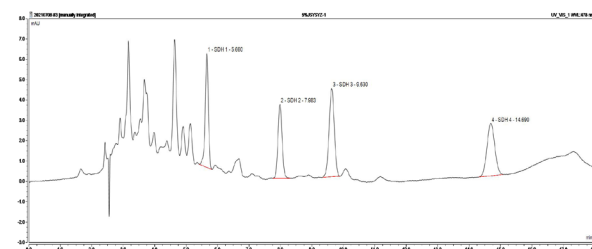
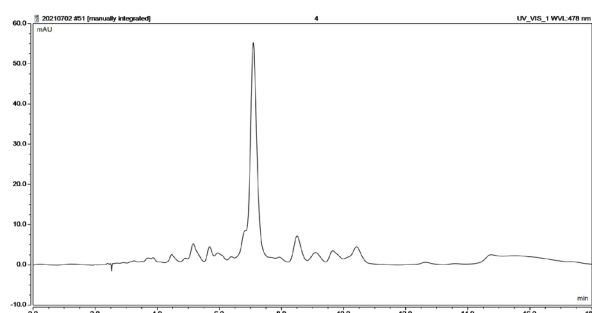


图 2 辣椒粉中苏丹红液相色谱图

加标浓度为 1 mg/kg 的辣椒粉使用分子印迹柱 (上图) 及 CLB 苏丹红专用净化柱 (下图) 前处理后上机对比图，基质效应减弱，目标峰可准确积分。

表 2 苏丹红校准曲线参数

目标物	曲线方程	R2
苏丹红 I	$y = 0.0013X - 0.0033$	0.99987
苏丹红 II	$y = 0.0013X - 0.0011$	0.99991
苏丹红 III	$y = 0.0021X - 0.0130$	0.99987
苏丹红 IV	$y = 0.0019X - 0.0150$	0.99984

备注：其它基质的样品可以参照此方案的前处理方法做细微调整。

订购信息

货号	描述	包装
COCLB66	CLB 苏丹红专用净化柱, 6 mL×5 支	30 支 / 盒
SDC-3000-D	多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-PTFE	PTFE 针式过滤器, 直径 13 mm, 孔径 0.22 μm, 有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE / 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒