

复杂基质辣椒制品中苏丹红的提取与检测

背景

辣椒红色素和辣椒油树脂是从辣椒中提取的可作为天然着色剂的食品添加剂，广泛应用于各类食品的着色。但是很多不法商家为了获得颜色更加鲜艳的着色剂以牟取利润，在辣椒中添加苏丹红这种非法染料，导致本身安全无毒的天然着色剂变成了毒染料，并且这种毒染料严重危害人体健康。国标 GB/T19681-2005 中有针对辣椒制品中苏丹红的检测方法，但因辣椒红色素和辣椒油树脂颜色较深，基质组成较为复杂，导致国标中的检测方法难以适用，SelectCore™SDR-2 固相萃取柱可以快速高效的鉴别辣椒制品中的苏丹红。

适用范围

该方法参照 GB/T 19681-2005 食品中苏丹红染料的检测方法 高效液相色谱法，用于测定辣椒制品中苏丹红的含量。

样品制备

辣椒红色素和辣椒油树脂：称取 5 g 无水硫酸钠于 15 mL 离心管中，加入 0.5 g 样品，再加入 10 mL 甲醇，漩涡混匀 1 min 后，4000 r/min 离心后取上清液备用。

其他辣椒制品：参照国标 GB/T 19681-2005 中样品制备方法。

净化

(1) 活化：SelectCore SDR-2 固相萃取柱，规格 500mg/6mL，依次使用 4 mL 乙酸乙酯、4 mL 甲醇、4 mL 纯水活化小柱；

(2) 上样：加入制备好的上清液，弃去流出液；

(3) 淋洗：使用 10 mL 70%甲醇水溶液淋洗，弃去淋洗液；

(4) 洗脱：加入 8 mL 洗脱液，洗脱液配比为乙酸乙酯：甲醇：甲酸=89：9：2（体积比），收集全部洗脱液；

(5) 洗脱液于 50 °C 下氮气吹干，使用 1 mL 乙腈定容，过滤膜后用于液相色谱分析。

液相色谱仪器条件

色谱柱：ChromCore™C18 3 μm

规格：4.6 × 150 mm

流动相：A) 0.1%甲酸水溶液，

B) 0.1%甲酸乙腈溶液

洗脱梯度：

时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
0.00 min	20	80
10.00 min	15	85
15.00 min	5	95

20.00 min	5	95
20.50 min	20	80
25.00 min	20	80

流速：1.0 mL/min

柱温：30 °C

进样体积：20 μ L

检测波长：520 nm

实验谱图及加标回收率数据

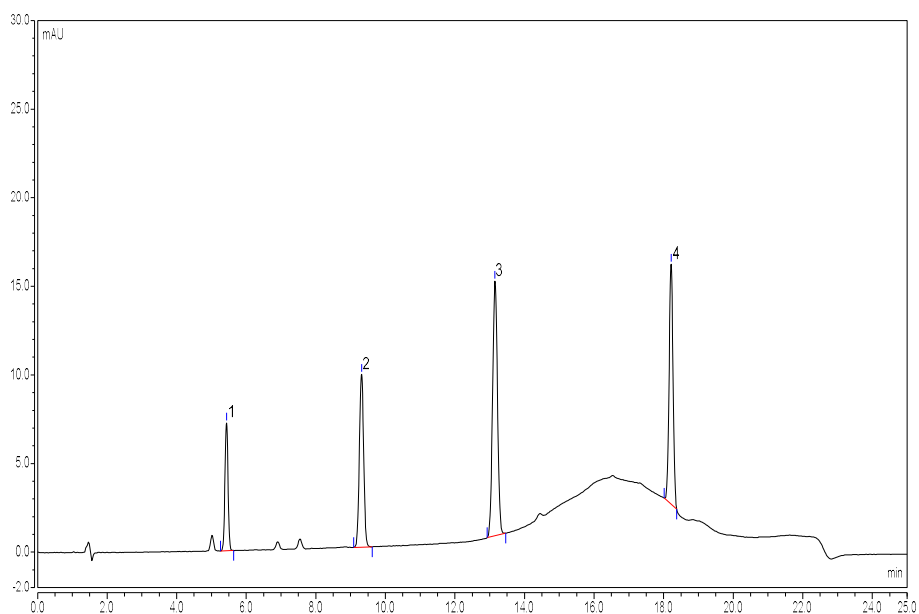


图 1 苏丹红标准品色谱图

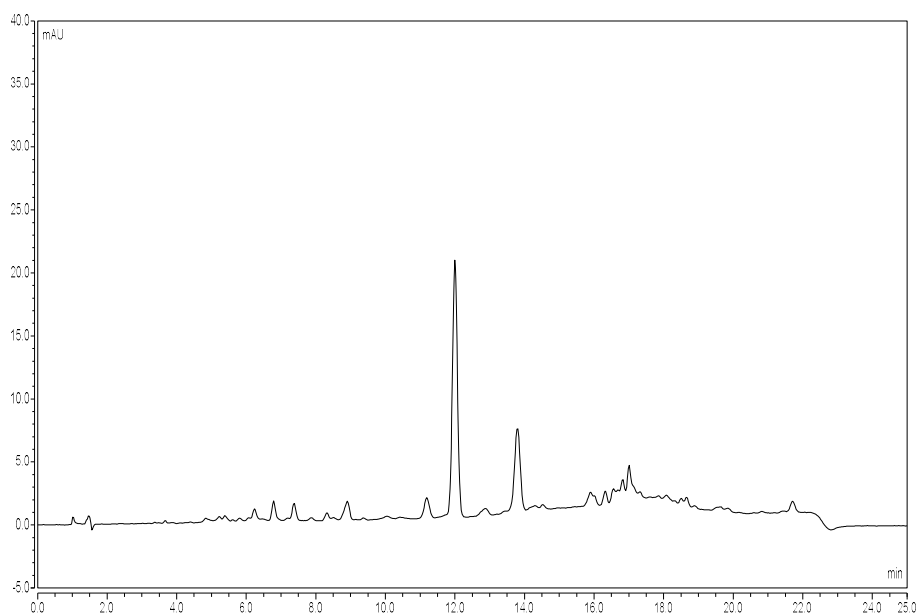


图 2 辣椒红色素基质色谱图

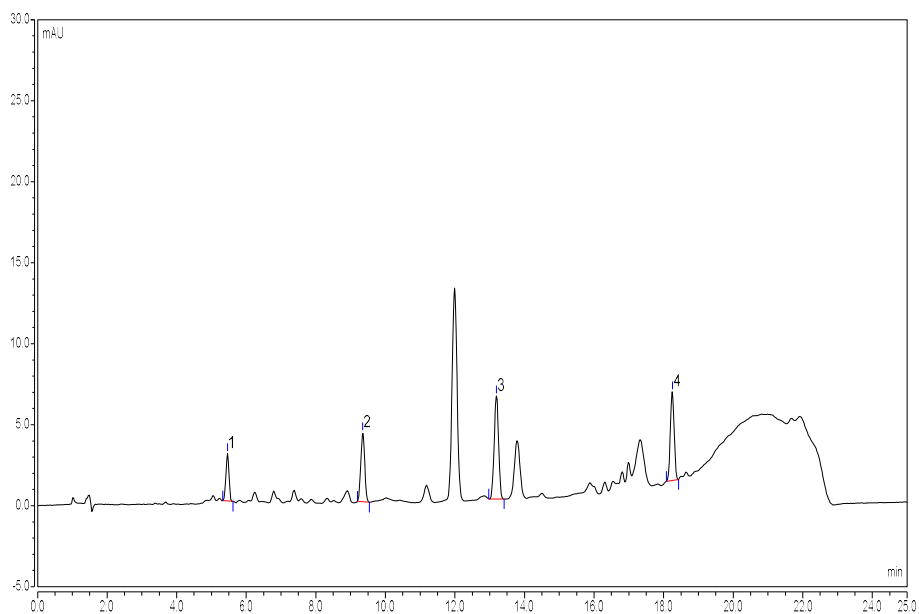


图 3 辣椒红色素加标（加标量 1.0 mg/Kg）色谱图

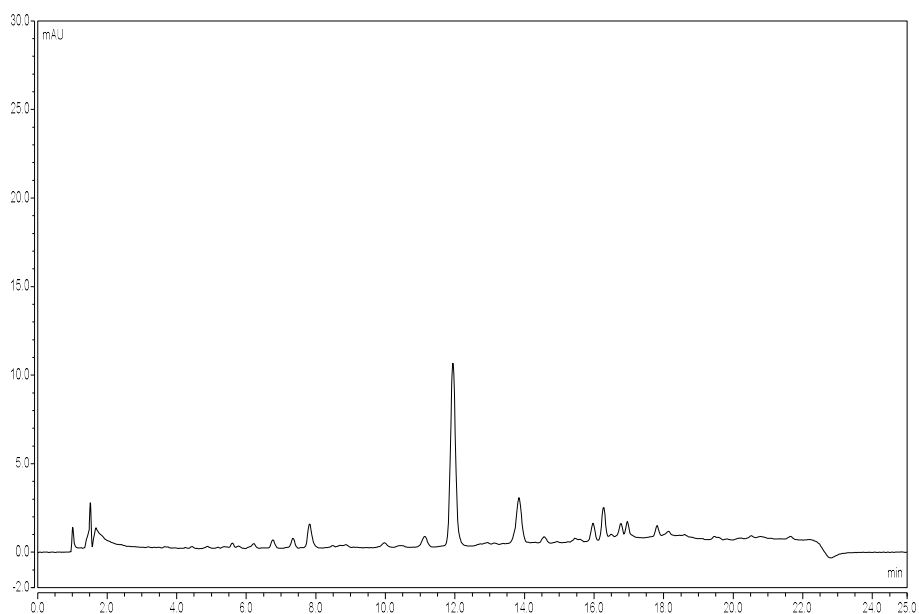


图 4 辣椒油树脂基质色谱图

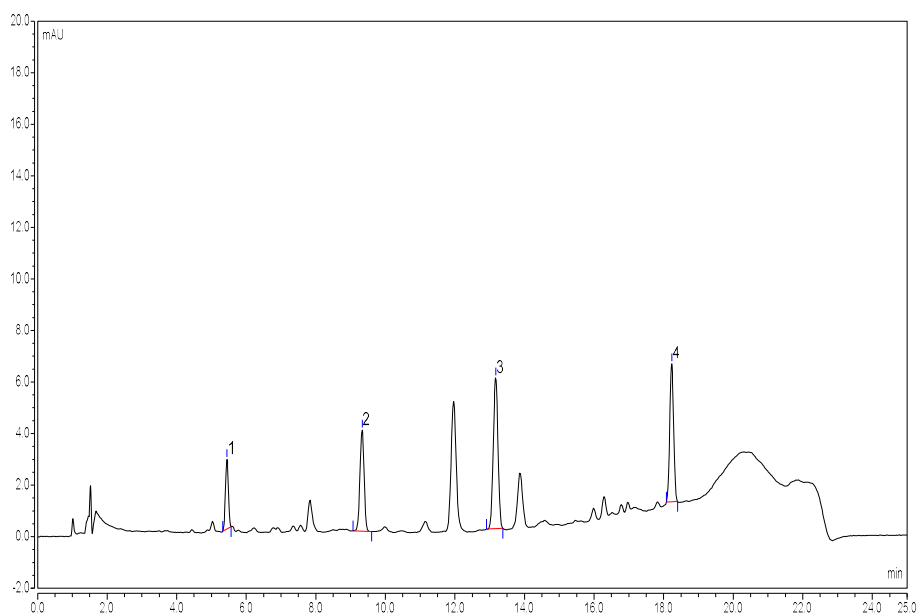


图 5 辣椒油树脂加标（加标量 1.0 mg/Kg）色谱图

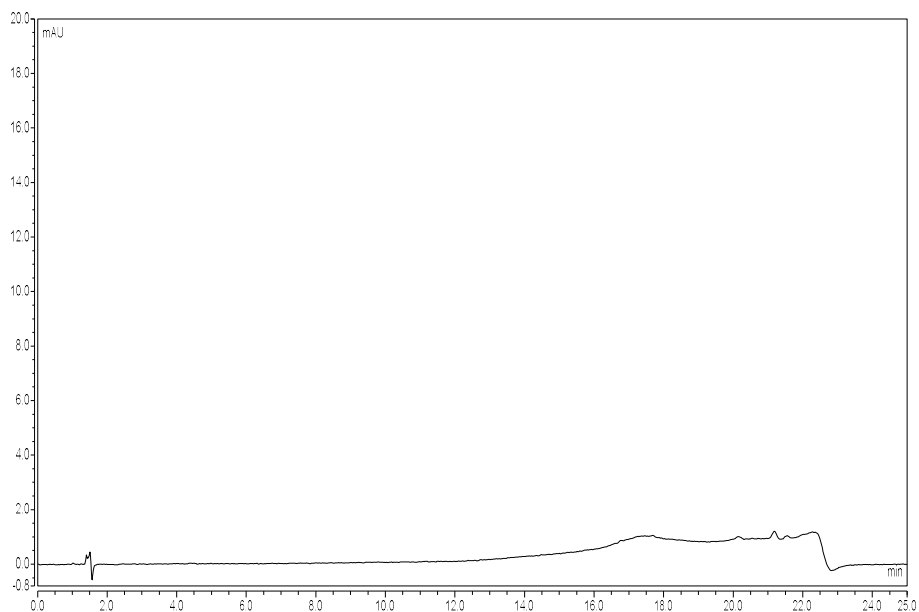


图 6 番茄酱基质色谱图

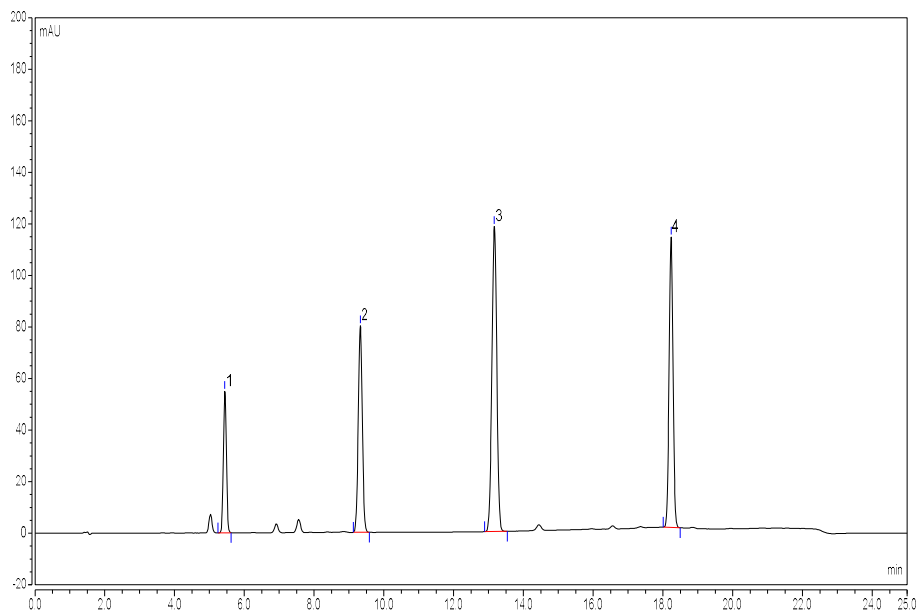


图 7 番茄酱加标（加标量 1.0 mg/Kg）色谱图

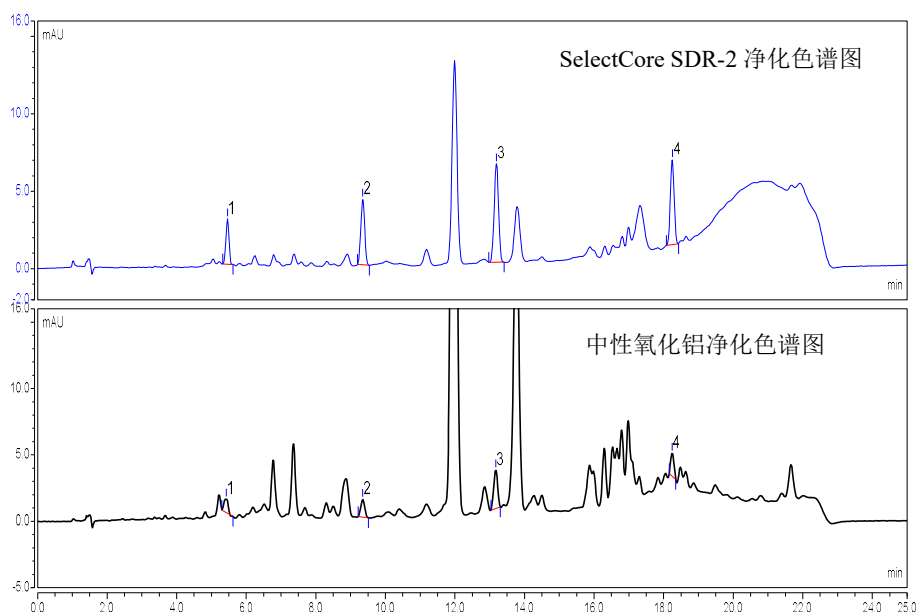


图 8 辣椒红色素加标（加标量 1.0 mg/Kg）分别由 SelectCore SDR-2 及中性氧化铝固相萃取柱净化对比色谱图

使用中性氧化铝固相萃取柱测定辣椒红色素的加标回收率，由图 8 可以看出 4 种苏丹红受基质干扰大，目标物与杂质的分离度较差，影响检测；4 种苏丹红的加标回收率分别为 40.94%、27.29%、36.96%、24.15%，不符合检测要求。

加标回收率数据

峰序号	化合物	辣椒红色素加标回收率	辣椒油树脂加标回收率	番茄酱加标回收率
1	苏丹红I号	90.13%	79.84%	81.15%
2	苏丹红II号	89.31%	87.28%	83.92%
3	苏丹红III号	90.10%	88.42%	87.72%
4	苏丹红IV号	87.74%	86.78%	88.46%

由以上色谱图和加标回收率数据可以看出，SelectCore SDR-2 固相萃取柱特别适合于复杂基质的辣椒制品检测，并且净化样品效果优良，加标回收率符合检测要求。