

腌料中苏丹红 I 染料的 GC-MS 分析

(北京东西电子技术研究所质谱组)

摘要: 采用 GC-MS-SIM 方法对腌料中的苏丹红 I 染料进行定性、定量分析。方法快速、准确、可靠。适用于常规样品的检测。

关键词: 苏丹红; 腌料; GC-MS-SIM

苏丹红 I (Sudan I)并非天然色素,它是一种人工合成的化工染料,除苏丹红 I 外,还有其合成衍生物 II、III、IV 3 个品种,其中苏丹红 I 和苏丹红 II 属于单偶氮化合物,苏丹红 III 和苏丹红 IV 属于重偶氮化合物。有关资料表明,该类化合物在降解过程会产生具有毒性的苯胺和萘酚,早在 10 年前就被国际癌症研究机构归类为第 3 组可疑致癌物质^[1]。在工业上仅限于溶解剂、润滑油、蜡染和鞋油等产品的染色以及生化毒理学研究中的细胞着色之用,在欧洲和我国一直被禁止使用于食品生产和加工中。苏丹红的分析方法有分光光度法^[2]、液相色谱法^[3]和液-质联用法,本文采用 GC-MS 方法。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

GC-MS3100 气质联用仪(北京东西分析仪器有限公司)

超声波萃取仪,正己烷、甲醇(均为 AR 级),苏丹红 I 标准贮备液:称取 0.0506g 苏丹红 I 标准纯品,用甲醇配制成 500mg/L 的贮备液。

1.2 样品提取

用电子天平准确称取腌料样品于 100 ml 具塞锥形瓶中,加入 10 ml 正己烷,超声波萃取超声 5 min,静置数分钟后,把有机相经滤纸过滤到干净的 100 ml 的烧杯中。用等量的正己烷再次超声(5 min)萃取上述样品,过滤后合并两次萃取液。用适量的正己烷洗涤锥形瓶中的样品残渣,并用该洗涤液少量多次洗涤上述漏斗和滤纸,直至洗涤液和滤纸接近无色为止。合并上述有机相于 150 ml 圆底烧瓶中,旋转浓缩器浓缩至约 1 ml 左右,正己烷少量多次洗涤圆底烧瓶,提取液全量转移至 10.0 ml 的离心管中,氮气吹干定容至 5.0 ml,供 GC-MS 测定用。

1.3 分析条件

1.3.1 GC 条件

色谱柱: DB-5MS 毛细管柱 30 m×0.25 mm×0.25 μm; 载气: 高纯氦气(99.999%), 柱流量: 1.0 ml/min(恒流); 进样模式: 脉冲不分流, 进样量: 1 μL; 进样口温度: 270℃; 炉

温程序：130℃保持 3 min，后以 25℃/min 速度升至 280℃，保持 5 min。

1.3.2 MS 条件

EI 源，电子能量 70 eV；离子源温度 230℃，扫描方式：SIM，定性离子 m/z ：51、77、115、143、171、248，定量离子 m/z ：248。接口温度 270℃，

2 结果与讨论

2.1 图 1 为腌料样品的总离子流图。

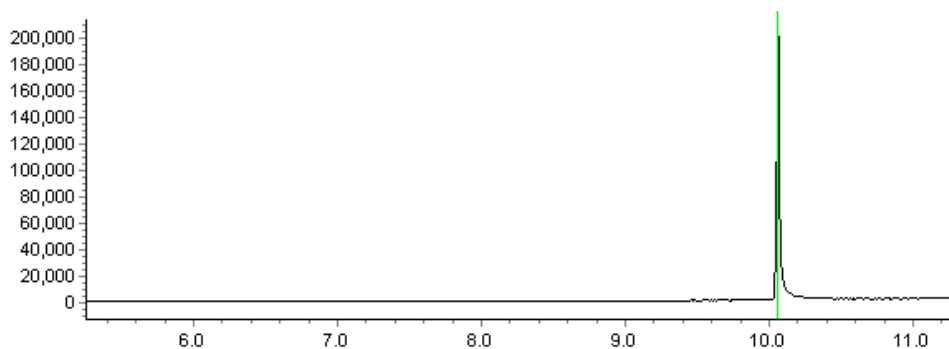


图 2 腌料中苏丹红 I GC-MS 分析的 TIC 图

图 2 为苏丹红 I 标准物的 GC-MS-SIM 质谱图。3 为该腌料样品的 GC-MS-SIM 图

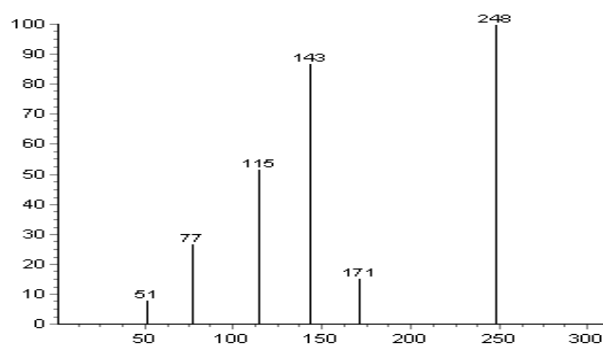


图 1 苏丹红 I 标准物的 GC-MS-SIM 谱图

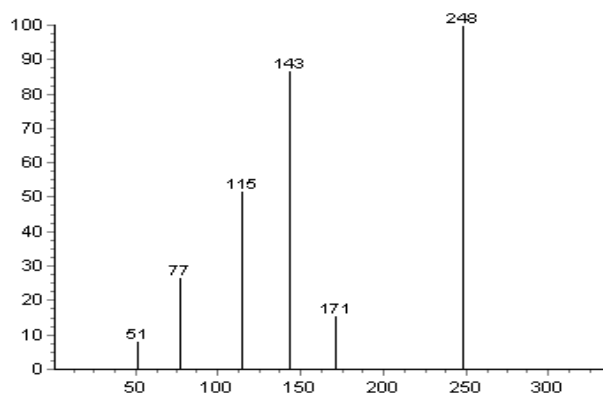


图 3 腌料中苏丹红 I 的 GC-MS-SIM 谱图

m/z 248 为分子离子峰， m/z 171、143、115、77、51 为特征碎片离子峰。实际样品测试结果和标准品谱图非常吻合。

2.2 标准曲线

用 500mg/L 苏丹红 I 标准贮备液准确配制浓度分别为 1mg/L、5 mg/L、10 mg/L、20 mg/L、40 mg/L 的苏丹红 I 标准溶液系列，在分析条件与样品分析条件相同的情况下，进样 1.0μL，每个浓度连续进五次，得出各浓度对峰面积(m/z 248 为定量离子)的校准曲线，相关系数 r=0.9996，见表 1 和图 4。

表 1 苏丹红 I 标准溶液数据

序号	浓度/ppm	保留时间	Area（平均值）
1	1	9.96	94226
2	5	10.03	513386
3	10	9.99	1051002
4	20	9.98	1902160
5	40	10.01	3829983

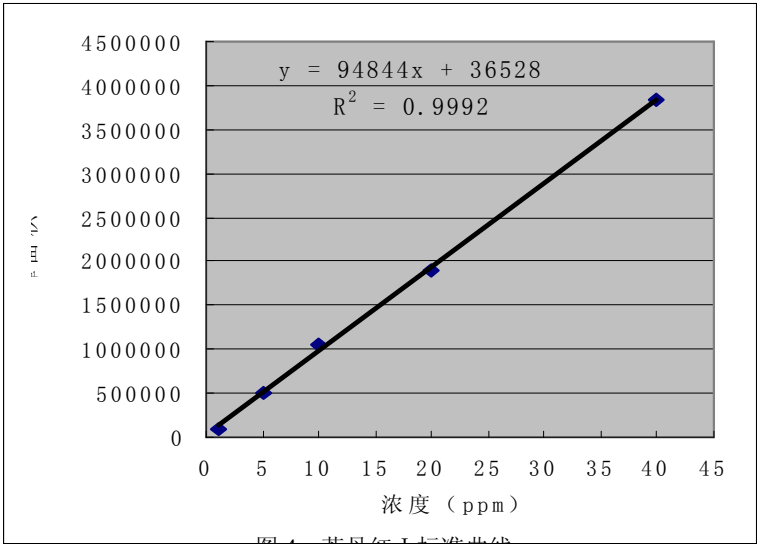


图 4 苏丹红 I 标准曲线

计算结果腌料样品中苏丹红 I 的含量是 5.11mg/L。

3 结论

建立了调味品辣椒粉和腌料中苏丹红 I 染料的 GC-MS 分析方法。以小用量且安全性相对好的正己烷作为提取溶剂，前处理过程简便实用。采用 GC-MS 的选择离子 SIM 技术对目标化合物准确定性定量，所建立的方法快速、准确、可靠，适用于日常样品检测的需要。

在报道的方法中，对苏丹红的定性分析几乎所有的方法都为液-质联用法，其中包括欧盟欧洲委员会 2004 年发布的“苏丹红检测方法”也如此。在这些方法中，有 LC-MS 法(液相色谱单级质谱联用法)： LC-MS-MS 法(液相色谱-串联质谱联用法)；LC-Q-TOF 法(液相色谱四极杆/飞行时间串联质谱联用法)等。而根据苏丹红 I (包括苏丹 II、III、IV)的化学性质

和本实验的结果证明，气-质联用法(GC-MS)完全可以对苏丹红染料进行定性、定量分析，而且过程更简单，GC-MS 设备更普及。

参考文献

- [1] 陈纪刚, 译. 国际癌症研究所 (IARC) 最新公布的对人致癌危险的评价表 [J]. 劳动医学, 1995, 12 (3): 50-60
- [2] 余孔捷, 杨方, 卢声宇分光光度法测定红辣椒及其产品中苏丹 I [J]. 中国卫生检验杂志, 2004, 14 (5): 596
- [3] 喻凌寒, 牟德海, 李光宪, 等. HPLC-DAD 法测定辣椒及其制品中苏丹红 I 的含量[J]. 光谱实验室, 2004, 21 (6): 1131-1133
- [4] 余孔捷, 杨方. 高效液相色谱法测定红辣椒及其产品中苏丹红 I、苏丹红 II、苏丹红 III 和苏丹红 IV [J]. 福建轻纺, 2005, 119 (4): 5