

LC-16 测定苏丹红

LC-144

摘要：本文建立了一种使用岛津 LC-16 系统测定苏丹红的方法。使用外标法绘制苏丹红的校准曲线，校准曲线的相关系数均在 0.9999 以上，2 mg/L 标准溶液连续 6 次进样，四种苏丹红的峰面积和保留时间的相对标准偏差分别 0.83~1.14% 和 0.06~0.11%，仪器精密度良好。

关键词：LC-16 苏丹红

苏丹红 (Sudan) 是一种亲脂性偶氮化合物，是用于化工产品中的一种非生物合成着色剂，被广泛用于如溶剂、油、蜡、汽油的增色以及鞋、地板等增光方面。因为它对人体的肝肾器官具有明显的毒性作用，具有致癌性。我国及欧盟 (EU) 等国家已禁止其作为色素在食

品中进行添加。所以，对于苏丹红类化合物的检测变得十分重要。

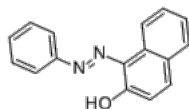
本文参考《GB/T 19681-2005 食品中苏丹红染料的检测方法高效液相色谱法》中的要求，采用岛津液相色谱仪 LC-16 分析了苏丹红，供相关检测人员参考。

苏丹红 I (Sudan I)

分子式: $C_{16}H_{12}N_2O$

分子量: 248.28

CAS No: 842-07-9

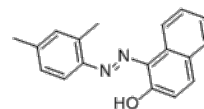


苏丹红 II (Sudan II)

分子式: $C_{18}H_{16}N_2O$

分子量: 276.33

CAS No: 3118-97-6

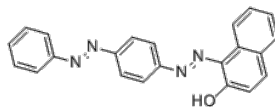


苏丹红 III (Sudan III)

分子式: $C_{22}H_{16}N_4O$

分子量: 352.29

CAS No: 85-86-9

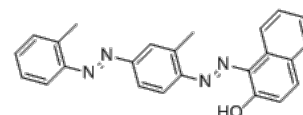


苏丹红 IV (Sudan IV)

分子式: $C_{24}H_{20}N_4O$

分子量: 380.44

CAS No: 85-83-6



实验部分

1.1 仪器

本实验使用岛津液相色谱仪 LC-16。具体配置为输液泵 LC-16×2，在线脱气机 DGU-20A3，自动进样器 SIL-16，柱温箱 CTO-16，紫外检测器 SPD-16，系统控制器 CBM-20Alite，色谱工作站 Labsolutions Essentia。

1.2 分析条件

色谱柱: InertSustainC18 (4.6 mm I.D.×150 mm L., 5 μm)

流动相: A 相 - 0.1% 的甲酸水溶液 / 乙腈 = 85/15 (V/V)

B 相 - 0.1% 的甲酸乙腈溶液 / 丙酮 = 80/20 (V/V)

流速: 1 mL/min

进样体积: 10 μL

柱温: 40°C

检测波长: 苏丹红 I 478 nm, 苏丹红 II、苏丹红 III、苏丹红 IV 520 nm

洗脱方式: 梯度洗脱, B 相初始浓度为 75%, 时间程序见表 1。

表 1 梯度洗脱时间程序

Time(min)	Module	Command	Value
10	Pumps	Pump B Conc.	100
26	Pumps	Pump B Conc.	100
27	Pumps	Pump B Conc.	75
34	Controller	Stop	

1.3 标准溶液配制

分别称取 10 mg 苏丹红 I、苏丹红 II、苏丹红 III、苏丹红 IV，精确到 0.0001 g，置 100 mL 容量瓶中，苏丹红 I 和苏丹红 II 用乙腈溶解并定容，苏丹红 III 和苏丹红 IV 用少量氯仿溶解再用乙腈定容，摇匀，配成质量浓度为 100 mg/L 的混合标准储备溶液。

苏丹红混合标准工作溶液：用流动相配制浓度分别为 0.2 mg/L、0.5 mg/L、1 mg/L、2 mg/L、5 mg/L、10 mg/L 和 20 mg/L 的标准工作溶液。

结果讨论

2.1 苏丹红标准样品色谱图

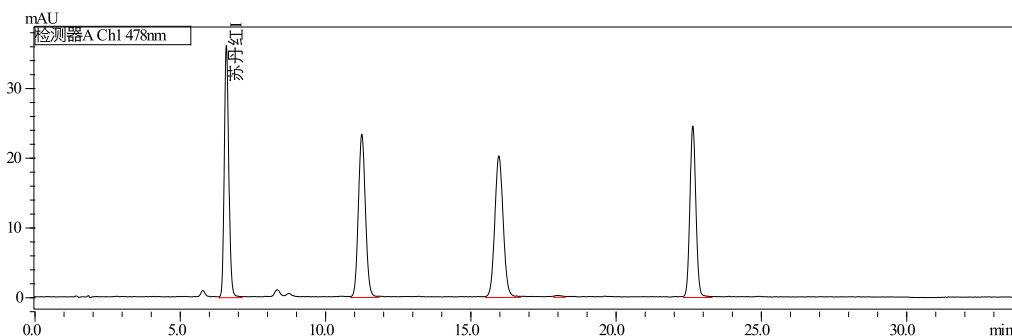


图 1 苏丹红 I 标准品 478 nm 下的色谱图

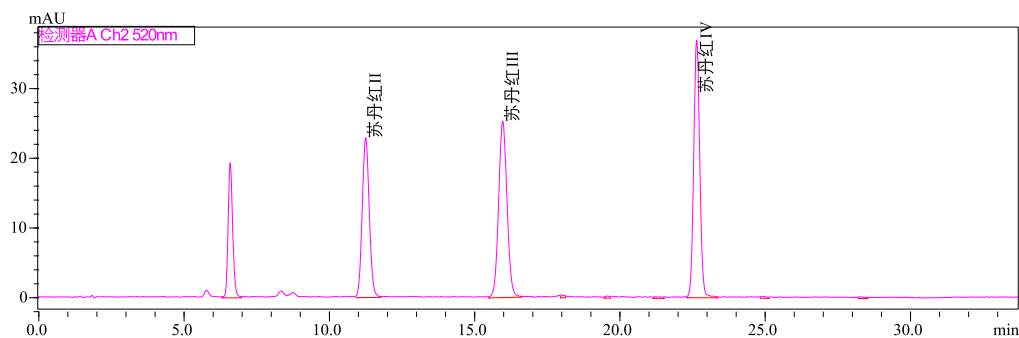
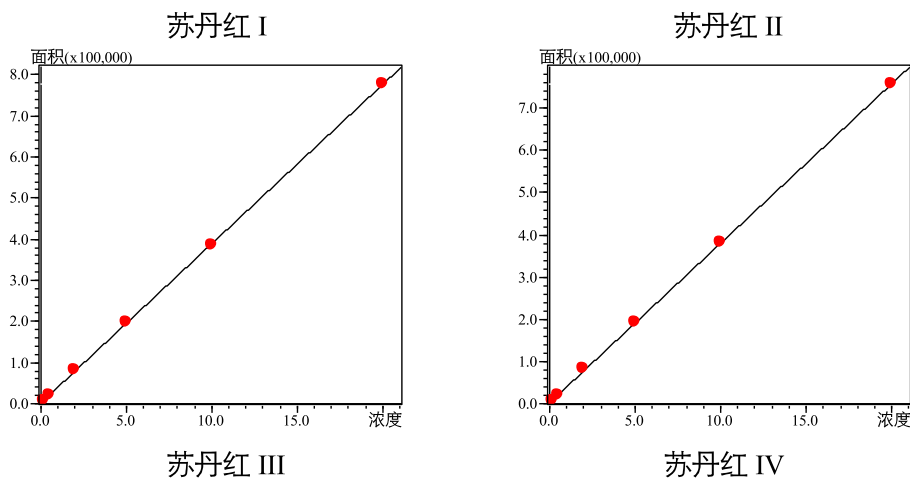


图 2 苏丹红 II、苏丹红 III 和苏丹红 IV 标准品 520 nm 下的色谱图

2.2 线性关系

将 0.2、0.5、1、2、5、10 和 20 mg/L 不同浓度的混合标准工作液按 1.2 中的分析条件进行测定，外标法定量。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制校准曲线如图 3 所示；所得校准曲线线性关系良好，相关系数均大于 0.9999，见表 2。



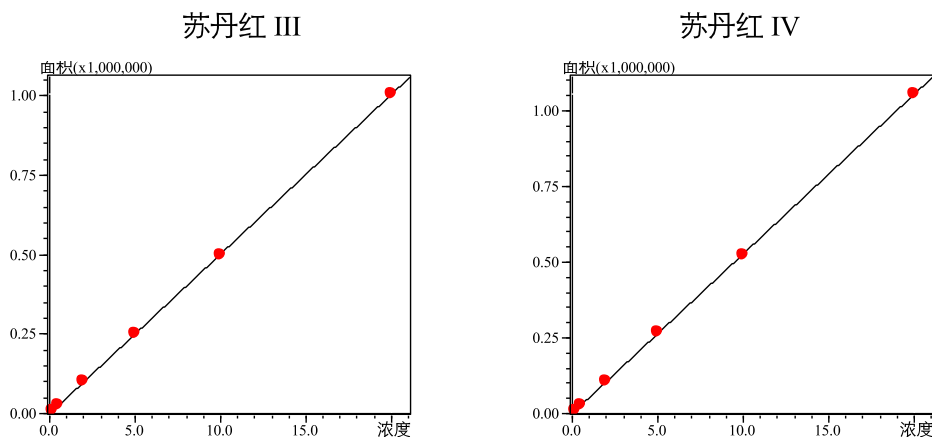


图 3 苏丹红的校准曲线

表 2 苏丹红的校准曲线参数

名称	校准曲线	相关系数 r	线性范围 (mg/L)
苏丹红 I	$Y = (38685.8)X + (2317.02)$	0.9999	0.2-20
苏丹红 II	$Y = (37809.8)X + (2234.21)$	0.9999	0.2-20
苏丹红 III	$Y = (50279.3)X + (-676.874)$	0.9999	0.2-20
苏丹红 IV	$Y = (52701.5)X + (954.498)$	0.9999	0.2-20

2.3 精密度实验

对 2 mg/L 的标准工作溶液连续测定 6 次，考察仪器的精密度，保留时间和峰面积的重复性结果如表 3 所示。保留时间 RSD 在 0.06~0.11 % 之间，峰面积 RSD 在 2.32~3.66 % 之间，仪器的精密度良好。

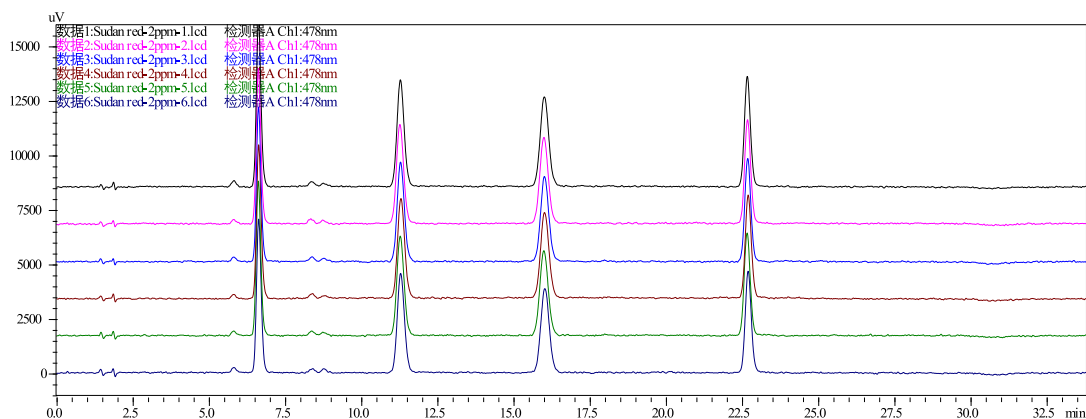


图 4 精密度实验色谱图 (苏丹红 I 标准品 478 nm)

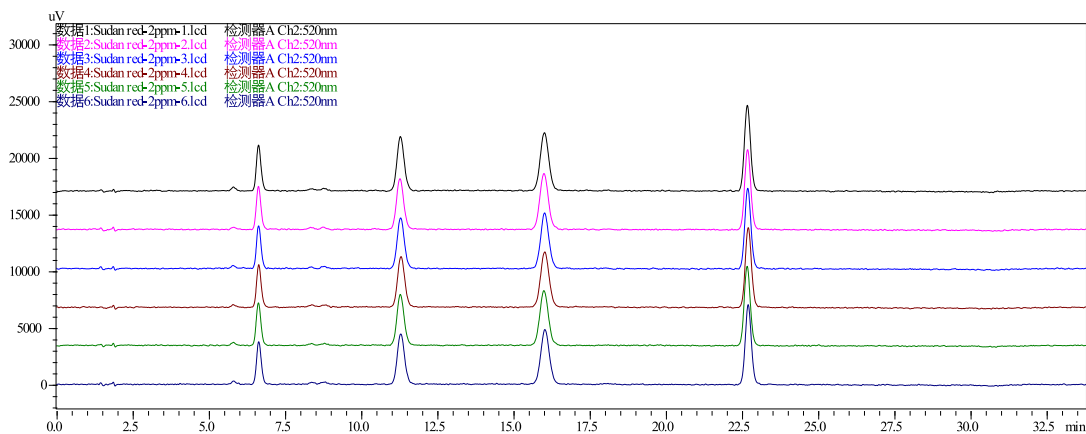


图 5 精密度实验色谱图 (苏丹红 II、苏丹红 III 和苏丹红 IV 标准品 520 nm)

表 3 保留时间和峰面积重复性结果(n=6)

样品名称	RSD%	
	RT	Area
苏丹红 I	0.07	0.95
苏丹红 II	0.11	0.83
苏丹红 III	0.08	1.14
苏丹红 IV	0.06	0.88

■ 结论

本文采用岛津高效液相色谱 LC-16 测定苏丹红，四种苏丹红分离度良好，在 0.2~20 mg/L 范围内线性相关系数为 0.9999，2 mg/L 标准溶液连续 6 次进样，四种苏丹红的峰面积和保留时间的相对标准偏差分别在 0.83~1.14 % 和 0.06~0.11 %，仪器精密度良好。