

# GCMSMS 测定辣椒油中苏丹红类非法添加剂

CMSMS-037

**摘要:** 本文建立了三重四极杆气质联用仪 GC-MS/MS 测定辣椒油中苏丹红 I 和苏丹红 II 的分析方法。该方法在 1~120 μg/L 的浓度范围内, 两种苏丹红的线性相关系数均在为 0.998 以上, 对 5 μg/L 的标准溶液连续 6 针进样, 峰面积的 RSD% 为 8.9% 以下。在 10 μg/kg 的加标浓度下, 加标回收率在 77.72 ~ 92.38% 之间, 利用 3 倍的信噪比计算检出限, 苏丹红 I、II 的检出限分别为 0.29 μg/L 和 0.69 μg/L, 完全满足日常检测的要求。

**关键词:** GCMSMS 食品 苏丹红

苏丹红是一种人工合成的偶氮染料, 并非食品添加剂, 主要包括 I、II、III 和 IV 四种类型。如果食品中的苏丹红含量较高, 达上千毫克, 则苏丹红诱发动植物肿瘤的机会就会上百倍增加, 特别是苏丹红有些代谢产物是人类可能的致癌物。

1995 年欧盟 (EU) 等国家已禁止其作为色素在食品中进行添加, 对此我国也明文禁止。但苏丹红事件仍层出不穷, 2005 年 3 月, 某国际著名快餐连锁企业烤鸡翅

和烤鸡腿堡中检出含有 "苏丹红 I" 成分。2006 年 11 月, 质检总局检查显示两种红心鸭蛋中含有苏丹红。

目前, 检测苏丹红的方法主要为 GB/T 19681-2005 《食品中苏丹红染料的检测方法 高效液相色谱法》。本文参考国标前处理法, 结合 GCMSMS 的多反应监测 (MRM) 方式, 可有效去除基质干扰, 结果可靠性高。可作为食品中苏丹红的 HPLC 检测方法的补充。

## 实验部分

### 1.1 仪器

三重四极杆气质联用仪 GCMS-TQ8030

### 1.2 分析条件

色谱柱: Rxi-5 Sil MS, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm  
 进样口温度: 300°C  
 进样方式: 不分流进样  
 柱温程序: 90°C (1 min)\_20°C /min\_290°C (7 min)  
 恒线速度: 37 cm/sec  
 进样量: 1 μL  
 离子化方式: EI  
 离子源温度: 230°C

接口温度: 260°C

碰撞气: 氩气

采集方式: MRM, 特征离子和 CE 电压见表 1

### 1.3 样品制备

称取 1 g 辣椒油于顶空瓶中, 加入 5 mL 环己烷, 漩涡混合溶解。慢慢加入氧化铝层析柱中, 用环己烷少量多次洗涤顶空瓶, 一并注入层析柱。待样液完全流出后, 用 30 mL 环己烷洗柱。弃去淋洗液, 用含 5% 丙酮的环己烷液 60 mL 洗脱, 收集、浓缩后, 用 5 mL 丙酮转移。氮吹近干, 并定容到 1.0 mL, 上 GCMSMS 分析。

表1 苏丹红的MRM条件

No.	保留时间	中文名称	英文名称	CAS号	定量离子对	定性离子对1	定性离子对2
1	11.895	苏丹红I	Sudan I	842-07-9	248>171(9)	248>143(19)	248>115(28)
2	13.192	苏丹红II	Sudan II	3118-97-6	276>247(10)	276>259(8)	276>143(19)

## 结果讨论

### 2.1 标样色谱图

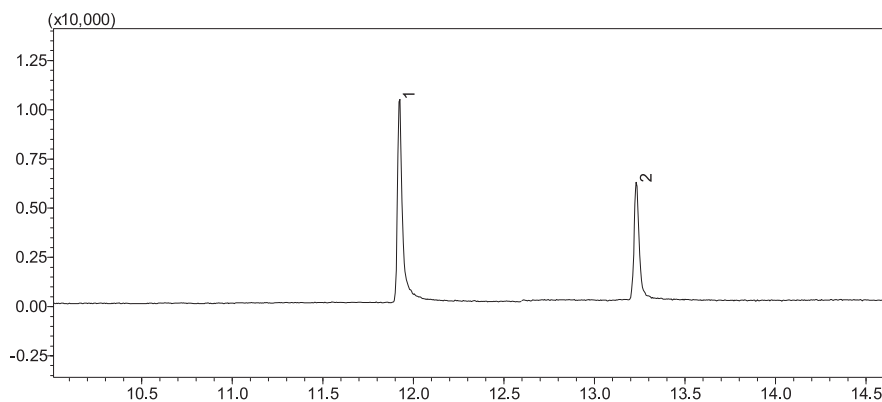


图1 苏丹红I、II标准品溶液(10 μg/L)的TIC图

### 2.2 标准曲线、重复性及检出限

配制浓度为 1、5、10、25、50、120 μg/L 的两种苏丹红混标溶液，以 MRM 方式进行采集。以浓度作为横坐标，峰面积作为纵坐标，绘制标准曲线如下图所示，检出限按照 3 倍的信噪比计算，峰面积的重复性以 5 μg/L 的标准样品连续进样 6 次，计算其相对标准偏差 (RSD)。标准曲线的相关系数、最低检出限 (LOD) 及峰面积的 RSD 见表 2。

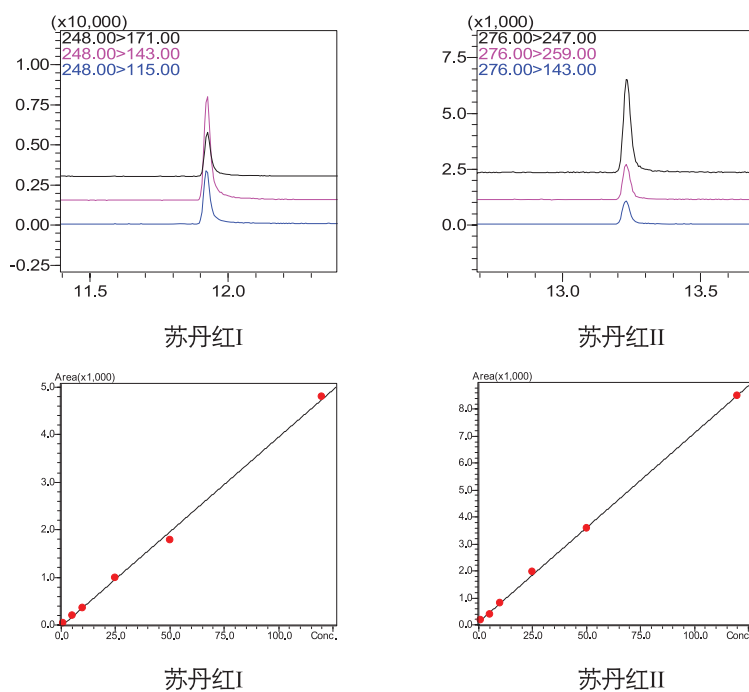


图22 种苏丹红的质量色谱图及标准曲线

表2 苏丹红标准曲线相关系数、最低检出限(LOD)及峰面积的RSD(%)

No.	化合物名称	相关系数r	LOD(μg/L)	RSD%(n=6)
1	苏丹红I	0.9989	0.29	8.8
2	苏丹红II	0.9999	0.69	8.9

### 2.3 回收率

取 1 g 样品，加入一定量苏丹红混标溶液，加标浓度为 10  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，平行测试 3 份，平均回收率如表 3 所示。

表3 样品加标回收

No.	组分名称	测定值( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )			平均回收率	回收率
		1	2	3	%	RSD%
1	苏丹红I	8.69	9.42	9.60	92.38	5.2
2	苏丹红II	8.01	8.10	7.20	77.72	6.4

### ■ 结论

采用岛津公司三重四极杆气质联用仪 GCMS-TQ8030 对辣椒油中的苏丹红 I、II 进行分析，该方法操作简单，重复性好，在 10  $\mu\text{g}/\text{kg}$  的加标浓度下，加标回收率在 77.72 ~ 92.38% 之间，苏丹红 I、II 的最低检出限均小于 1  $\mu\text{g}/\text{L}$ 。采用串联质谱 MRM 模式进行分析，能够有效降低基质干扰，提高方法灵敏度和检测结果可靠性，完全满足日常检测对辣椒油中苏丹红的检测要求。