

新型基质分散挤压萃取-高效液相色谱法测定 辣椒粉中 6 种苏丹红色素

武 曦^{1*}, 张愉晗¹, 张雅雯¹, 张鑫鑫², 杨燕强²

(1. 长治学院化学系, 长治 046011; 2. 太原海关技术中心, 太原 030024)

摘 要: **目的** 建立新型基质分散挤压萃取-高效液相色谱法(matrix dispersion squeezing extraction-high performance liquid chromatography, MDSE-HPLC)测定 6 种辣椒粉中苏丹红色素的方法。**方法** 样品与分散剂混匀后, 加入提取剂充分研磨, 通过挤压收集提取溶剂, 经 Al₂O₃ 固相萃取柱净化, 采用高效液相色谱法进行检测, 外标法定量。**结果** 6 种苏丹红色素在 1.2~9.6 μg/g 浓度范围内具有良好的线性关系, 相关系数均大于 0.998, 检出限为 0.10~0.15 μg/g, 定量限为 0.30~0.45 μg/g。样品在 3 个水平加标浓度(1.2、4.8、9.6 μg/g)下的平均回收率为 72.0%~102.4%, 相对标准偏差为 1.9%~6.8%。**结论** 本方法简单新颖、成本低、污染少, 能快速有效提取目标物, 准确度和精密度符合要求, 可用于辣椒粉中的 6 种苏丹红色素的检测。

关键词: 苏丹红色素; 基质分散挤压萃取; 高效液相色谱法; 辣椒粉

Determination of 6 kinds of Sudan dyes in chilli powder by novel matrix dispersion squeezing extraction-high performance liquid chromatography

WU Xi^{1*}, ZHANG Yu-Han¹, ZHANG Ya-Wen¹, ZHANG Xin-Xin², YANG Yan-Qiang²

(1. Department of Chemistry, Changzhi University, Changzhi 046011, China;
2. Taiyuan Customs Technology Center, Taiyuan 030024, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for determination of 6 kinds of Sudan dyes in chilli powder by novel matrix dispersion squeezing extraction-high performance liquid chromatography (MDSE-HPLC). **Methods** After the sample was mixed with dispersant, the extraction reagent was added and fully grinded. The extracting solvent was collected by extrusion, purified by Al₂O₃ solid phase extraction column, then analyzed by high performance liquid chromatography. The external standard method was used for quantification. **Results** The calibration curves of 6 kinds of Sudan pigments showed good linearity in the concentration range of 1.2–9.6 μg/g, and the correlation coefficients were greater than 0.998. The limits of detection and quantification were 0.10–0.15 μg/g and 0.30–0.45 μg/g. The average recoveries of the samples at three spiked concentrations (1.2, 4.8, 9.6 μg/g) were 72.0%–102.4%, and the relative standard deviations were 1.9%–6.8%. **Conclusion** This method is simple, novel, low cost and less pollution, and can quickly and effectively extract the target substances. The accuracy and precision meet the

基金项目: 国家自然科学基金项目(21905030)、海关总署科研项目(2020HK217)

Fund: Supported by the National Nature Science Foundation Project (21905030), and the Scientific Research Project of General Administration of Customs (2020HK217)

*通信作者: 武曦, 博士, 副教授, 主要研究方向为复杂样品分析方法研究。E-mail: wuxi040252768@163.com

*Corresponding author: WU Xi, Ph.D, Associate Professor, Department of Chemistry, Changzhi University, No.73, Baoningmen East Street, Luzhou District, Changzhi 046011, China. E-mail: wuxi040252768@163.com

requirements. It can be used for the detection of six Sudan pigments in chilli powder.

KEY WORDS: Sudan dyes; matrix dispersion squeezing extraction; high performance liquid chromatography; chilli powder

0 引言

苏丹红是一种人工合成色素,因其廉价,着色效果好等特点被工业领域广泛应用。作为偶氮类染料,苏丹红种类繁多,如苏丹红I、苏丹红II、苏丹红III和苏丹红IV等,均存在强烈的致癌、致畸作用^[1-2],在国内外限量标准中,苏丹红类染料均被严禁用于食品工业^[3-4],但食品中非法添加苏丹红的事件仍然时有发生,尤其是辣椒类食品,为了使产品色泽更为艳丽,有些不法企业或个人会在辣椒制品中非法添加苏丹红^[5]。因此,为了保障消费者的健康和利益,对食品中苏丹红的监测具有十分重要的意义。

近年来,食品样品中苏丹红含量的检测已有许多研究^[6-9]。由于食品中苏丹红的提取易受基质效应的影响,一些新型材料如:分子印迹聚合物、磁性材料和金属有机骨架化合物等高性能吸附材料均被广泛应用于食品前处理研究^[10-15],但此类方法大多涉及复杂材料的制备、需要较高素养的科研人员,且存在材料性能不稳定,实验推广难度较大等弊端。目前,QuEChERS技术^[16-17]、固相微萃取技术(solid phase microextraction, SPME)^[6,18]和液-液微萃取技术(liquid-liquid microextraction, LLME)^[19-20]等前处理技术原理简单、技术成熟、材料商品化、在分析领域得到了广泛的应用,但这些方法也存在实验条件优化步骤复杂、需要使用大量有机溶剂等不足。基质分散固相萃取技术(matrix dispersion solid phase extraction, MSPD)^[21-22]除具备上述方法的优点之外,还可实现提取和分离统一,简化了实验流程、减少了有机溶剂的使用因此得到了广泛关注^[23-26]。MSPD法中功能性分散剂的作用十分重要,常见的有乙二胺基-N-丙基硅烷化硅胶、十八烷基键合相硅胶等分散剂^[27-28],但因其特性专一,MSPD法的应用范围也相对受限。研究表明可使用绿色溶剂与非吸附性分散剂替换传统功能性分散剂,实现对谷物中的黄曲霉素含量的测定,扩展了MSPD法的应用范围^[29];也可通过与其他技术联用改进提取效能,如电场辅助MSPD法^[30]、超声辅助MSPD法^[31]等。但如何将样品提取物在低损失前提下定量转移至固相萃取柱一直是MSPD法中亟待解决的问题。

本研究基于MSPD法建立了一种新型基质分散挤压萃取-高效液相色谱法(matrix dispersion squeezing extraction-high performance liquid chromatography, MDSE-HPLC)用于测定辣椒粉中的苏丹红,以盐类化合物为分散剂,以少量烷烃为萃取剂,分散萃取辣椒粉中的苏丹红,并通过挤压的方式收集萃取剂,经固相萃取后用HPLC进

行检测,可为辣椒粉中苏丹红含量测定提供技术支撑。

1 材料与amp;方法

1.1 试剂与材料

氧化铝(Al_2O_3)固相萃取柱(500 mg/6 mL,美国ACES公司);乙腈(色谱纯,天津市科密欧化学试剂有限公司);正己烷、正辛烷、十二烷、液体石蜡、丙酮、氯化钠(NaCl)、甲酸(分析纯,天津大茂化学试剂有限公司);硝酸铝 $[\text{Al}(\text{NO}_3)_3]$ 、硅胶(SiO_2)(分析纯,国药集团化学试剂有限公司);苏丹I(Sudan I)、苏丹II(Sudan II)、苏丹III(Sudan III)、苏丹IV(Sudan IV)、苏丹G(Sudan G)、苏丹7B(Sudan 7B)(纯度均大于98%,上海阿拉丁生化科技股份有限公司)。

实验所用辣椒粉购自当地市场。

1.2 仪器与设备

L-2000 高效液相色谱仪(配紫外可见光检测器)、HITACHI LaChrom C_{18} 色谱柱(250 mm \times 4.6 mm, 5 μm)(日本日立公司);FW-4A 粉末压片机(天津拓普仪器有限公司);Sartorius 十万分之一电子天平(北京赛多利斯公司);DC-12 氮吹仪(上海安谱科学仪器有限公司);0.22 μm 针式滤膜(天津市津腾实验设备有限公司)。

1.3 实验方法

1.3.1 样品提取

称取辣椒粉试样 0.50 g(精确到 0.01 g)于玛瑙研钵中,按一定比例加入分散剂及 400 μL 提取剂,充分混合研磨至均匀无颗粒,将混合物置于粉末压片机模具中加压挤压(35 MPa),用毛细管收集挤出的提取液,置于小瓶中。用移液器移取提取液(以 50 μL 为单位,用移液器提取液体分次提取,直至剩余液体不足 50 μL 为止)加入 Al_2O_3 固相萃取柱(预先用 1 mL 正己烷淋洗活化),用正己烷淋洗直至洗脱液无色,再用 10 mL 含 5%丙酮的正己烷溶液淋洗固相萃取柱,收集洗脱液并吹干,用 1 mL 正己烷溶解残渣,过 0.22 μm 滤膜后进行 HPLC 测定。

1.3.2 色谱条件

采用 HITACHI LaChrom C_{18} 色谱柱(250 mm \times 4.6 mm, 5 μm),柱温 30 $^\circ\text{C}$,流速 1.0 mL/min,进样量 10 μL ,检测波长 520 nm,流动相 A 为 0.1%甲酸水溶液:乙腈=85:15 (V:V),流动相 B 为 0.1%甲酸乙腈溶液:丙酮=80:20 (V:V),梯度洗脱程序为 0~10 min, 75% B, 10~25 min, 75%~100% B, 25~32 min, 100% B, 32~35 min, 100%~75% B, 35~40 min, 75% B。

1.3.3 标准溶液制备

称取 6 种苏丹红标准物质各 10.0 mg, 分别置于 10 mL 容量瓶中, 加正己烷使之溶解并定容, 配制成 1.00 mg/mL 的标准物质储备液。分别移取一定量的单标储备液配制成质量浓度分别为 0.60、0.90、1.20、2.40、4.80 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准工作液, 使用前配制, 经超声过 0.22 μm 滤膜后测定。

1.4 数据处理

每组实验重复测定 3 次或 6 次, 结果以平均值 \pm 标准偏差表示, 利用 Origin 8.0 软件进行作图和数据分

2 结果与分析

2.1 提取方法优化

2.1.1 提取溶剂的选择

根据苏丹红色素为脂溶性的性质^[6], 选择正己烷、正辛烷、十二烷和液体石蜡作为提取溶剂, 考察了 4 种溶剂的提取效果。由于正己烷、正辛烷挥发性大、实际操作中难以收集, 易造成目标物损失、且毒性强, 对人身、环境危害较大, 不易采用。液体石蜡黏度过大, 挤压过程中难以挤压出来, 且难以收集。只有十二烷由于挥发性和黏度适中, 可以顺利完成提取过程, 因此本研究选择十二烷作为提取溶剂。

2.1.2 样品与分散剂比例的选择

选择 SiO_2 、 NaCl 和 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 3 种分散剂, 考察样品与分散剂的质量比分别为 1:1、1:2、1:3 和 1:4 ($m:m$, 下同) 时的萃取效率。称取 3 种分散剂各 0.50、1.00、1.50 和 2.00 g, 分别与 0.50 g 辣椒粉混合后加入 400 μL 十二烷, 研磨 3 min, 最后将混合物置于粉末压片机挤压, 回收十二烷。具体结果对比如图 1 所示。

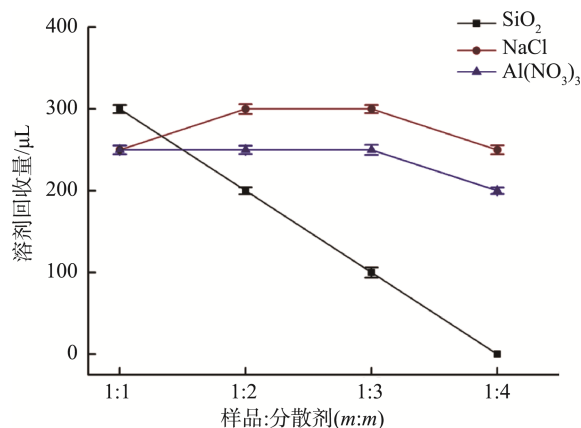


图 1 样品与分散剂比例对提取液回收量的影响($n=3$)

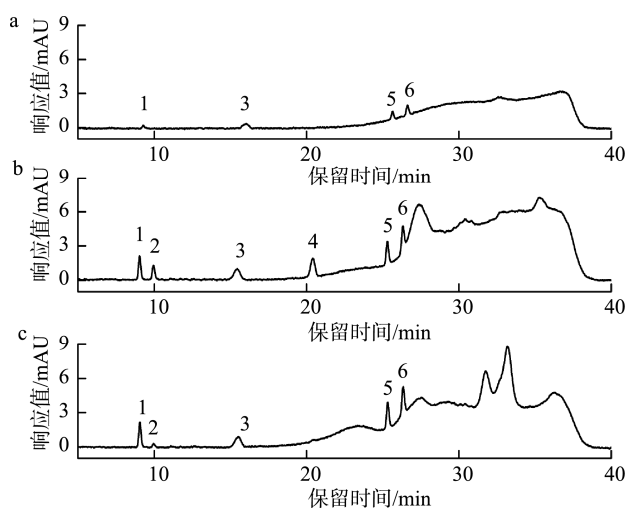
Fig.1 Effects of the ratio of sample to dispersant on the recoveries of extraction solution ($n=3$)

由图 1 可知, 当样品与分散剂 SiO_2 、 NaCl 和 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 质量比分别为 1:1、1:2 和 1:2 时, 十二烷的回收量最大, 可达到 300、300 和 250 μL 。 SiO_2 作为分散剂时, 随着样品与分散剂用量逐渐增大, 十二烷的回收量逐渐减小, 当质

量比为 1:4 时, 已经无法回收到十二烷。 NaCl 作为分散剂时, 十二烷的回收量随着样品与分散剂质量比的增大而呈现先增大后减小的趋势; $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 作为分散剂时, 十二烷的回收量随质量比变化不大, 当质量比为 1:4 时, 提取液回收量会明显减小。这可能是由于 NaCl 和 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 的刚性不同, 研磨得到的混合物粒度不同, 在挤压时颗粒之间的空隙更小, 更容易将液体排出。因此, 当选择 SiO_2 、 NaCl 和 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 作为分散剂时, 样品与分散剂质量比分别为 1:1、1:2 和 1:2。

2.1.3 分散剂种类的选择

为进一步选择分散剂种类, 考察 SiO_2 、 NaCl 和 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 3 种分散剂对苏丹红检测结果的影响。将 SiO_2 、 NaCl 和 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 与 0.50 g 加标辣椒粉(2.50 $\mu\text{g/g}$) 样品按质量比 1:1、1:2 和 1:2 比例混合, 按 1.3.1 方法进行处理后用 HPLC 检测, 结果如图 2 所示。



注: a: 分散剂为 SiO_2 ; b: 分散剂为 NaCl ; c: 分散剂为 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$; 色谱峰 1 为 Sudan I; 2 为 Sudan G; 3 为 Sudan II; 4 为 Sudan III; 5 为 Sudan 7B; 6 为 Sudan IV。

图 2 分散剂对 6 种苏丹红色素提取效果的影响

Fig.2 Effects of dispersants on the extraction of 6 kinds of Sudan dyes

从图 2 可以看出: 当以 SiO_2 为分散剂时, 本研究只能测到 4 种苏丹红色素, 且测得的苏丹红色素含量远远小于其他分散剂, $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 为分散剂时可以测到 5 种苏丹红色素, NaCl 为分散剂时则可测到全部 6 种苏丹红色素。根据溶剂回收量不同, 具体回收率经计算得到, 结果如表 1 所示, 以 SiO_2 为分散剂时测得的各苏丹红色素浓度远远小于其他分散剂, 这可能是由于 SiO_2 自身具有良好的吸附性能, 导致部分色素被吸附于 SiO_2 而未能被提取出来。 $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ 为分散剂时 Sudan III 未能测出, NaCl 为分散剂时, 全部 6 种苏丹红均被测定出, 因此选择 NaCl 为本研究的分散剂。

表 1 分散剂种类对苏丹红检出量和回收率的影响($n=3$)
Table 1 Effects of dispersant type on the measured value and recoveries of Sudan dyes ($n=3$)

化合物	SiO ₂			NaCl			Al(NO ₃) ₃		
	测得平均值 /($\mu\text{g/g}$)	回收率 /%	相对标准偏差 /%	测得平均值 /($\mu\text{g/g}$)	回收率 /%	相对标准偏差 /%	测得平均值 /($\mu\text{g/g}$)	回收率 /%	相对标准偏差 /%
Sudan I	1.64	65.6	4.1	2.07	82.8	3.2	2.27	90.8	4.3
Sudan G	--	--	--	2.56	102.4	2.8	2.70	108.0	4.8
Sudan II	2.29	91.6	2.4	2.34	93.6	5.1	2.36	94.4	2.7
Sudan III	--	--	--	2.32	92.8	2.2	--	--	--
Sudan 7B	1.92	76.8	3.1	2.01	80.4	2.3	1.82	72.8	1.8
Sudan IV	2.14	85.6	2.1	2.21	88.4	4.2	1.80	72.0	3.2

注: --表示未检出。

2.2 方法学考察

2.2.1 线性关系、检出限和定量限

将 6 种苏丹红标准品储备液混合配制为一系列浓度的标准工作液,按照 1.3.2 节中描述的色谱条件进行测试,以苏丹红的峰面积为纵坐标(Y),以相应的浓度(X , $\mu\text{g/g}$)为横坐标进行线性回归,可得各苏丹红色素的回归方程,结果见表 2。结果显示,6 种苏丹红色素的相关系数在 0.9989 以上,说明在线性范围内,峰面积与色素浓度的线性关系良好。此外,以信噪比为 3 时,确定各组分的检出限(limits

of detection, LODs),以信噪比为 10 时,确定各组分的定量限(limits of quantification, LOQs),结果如表 2 所示,方法灵敏度高,可以满足苏丹红的检测。

2.2.2 准确度与精密度

在空白的辣椒样品中分别添加 6 种苏丹红色素,获得加标浓度为 1.2、4.8、9.6 $\mu\text{g/g}$ 3 个浓度水平辣椒样品,按 1.3.1 方法进行回收率实验,每个浓度进行 6 次,结果见表 3。本方法在 1.2~9.6 $\mu\text{g/g}$ 的添加浓度范围内平均回收率为 72.0%~102.4%。相对标准偏差均小于 7.0%,说明本方法准确度、精密度较好、能够满足分析工作需要。

表 2 6 种苏丹红色素的线性范围、回归方程、相关系数、检出限和定量限

Table 2 Linear ranges, linear equations, correlation coefficients, limits of detection and limits of quantification of 6 kinds of Sudan dyes

化合物	检测范围/ $(\mu\text{g/g})$	线性方程	相关系数(r)	LODs/ $(\mu\text{g/g})$	LOQs/ $(\mu\text{g/g})$
Sudan I	1.2~9.6	$Y=29423X+1214$	0.9999	0.15	0.45
Sudan G	1.2~9.6	$Y=14021X+905$	0.9995	0.15	0.45
Sudan II	1.2~9.6	$Y=40784X-9511$	0.9989	0.15	0.45
Sudan III	1.2~9.6	$Y=36318X-318$	0.9999	0.10	0.30
Sudan 7B	1.2~9.6	$Y=33392X+556$	0.9999	0.10	0.30
Sudan IV	1.2~9.6	$Y=34541X-848$	0.9999	0.10	0.30

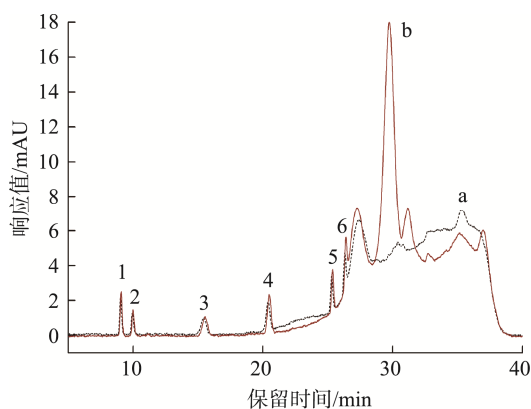
表 3 6 种苏丹红的回收率和相对标准偏差($n=6$)

Table 3 Recoveries and relative standard deviations of 6 kinds of Sudan dyes ($n=6$)

化合物	加标浓度(1.2 $\mu\text{g/g}$)		加标浓度(4.8 $\mu\text{g/g}$)		加标浓度(9.6 $\mu\text{g/g}$)	
	平均回收率/%	相对标准偏差/%	平均回收率/%	相对标准偏差/%	平均回收率/%	相对标准偏差/%
Sudan I	85.0	6.8	95.4	5.1	93.2	2.5
Sudan G	73.0	4.7	92.4	3.6	97.3	4.4
Sudan II	72.0	6.1	100.8	4.9	101.3	5.3
Sudan III	88.0	4.3	93.6	3.2	92.9	2.8
Sudan 7B	76.0	3.8	93.0	3.1	102.4	2.5
Sudan IV	74.0	4.5	86.4	3.9	95.4	1.9

2.2.3 方法比较

分别用本研究建立的方法和 GB/T 19681—2005《食品中苏丹红染料的检测方法 高效液相色谱法》对等量加标辣椒粉(2.5 $\mu\text{g/g}$)样品进行预处理, 用 HPLC 进行分析, 结果如图 3 所示。



注: a: MSPD-HPLC 法色谱图; b: GB/T 19681—2005 色谱图。色谱峰 1 为 Sudan I; 2 为 Sudan G; 3 为 Sudan II; 4 为 Sudan III; 5 为 Sudan 7B; 6 为 Sudan IV。

图 3 新型 MSPD-HPLC 法与 GB/T 19681—2005 对加标辣椒样品分析结果比较

Fig.3 Determination results obtained by the novel MSPD-HPLC method and GB/T 19681—2005 method

从图 3 中可以看出, 两种方法对 6 种苏丹红色素的检测结果十分接近, 其中: 本方法测得目标物 Sudan I、Sudan G、Sudan II、Sudan III、Sudan 7B、Sudan IV 的含量分别为 2.07、2.56、2.34、2.32、2.01、2.21 $\mu\text{g/g}$, 结合回收率实验数据进行分析, 苏丹红检测结果无显著性变化 ($P>0.05$), 同时 GB/T 19681—2005 测得目标物含量分别为 2.10、2.60、2.37、2.42、2.09、2.30 $\mu\text{g/g}$, 说明该方法可靠性良好, 符合检测要求。另外, 较 GB/T 19681—2005 而言, 本方法所测色谱图中, 样品基质效应明显大幅降低, 可有效避免目标峰出现假阳性。为如何消除复杂样品的基质干扰提供一定的参考价值。

3 结 论

本研究提出采用 MDSE-HPLC 对辣椒粉进行预处理, 并对提取溶剂种类、分散剂种类、样品与分散剂比例等条件进行优化, 建立了一种辣椒中苏丹红含量的新型检测方法。本研究解决了传统 MSPD 中目标物损失较大的问题, 有效简化实验步骤, 降低了实验成本, 避免大量有机试剂的使用减少了有机试剂污染, 同时操作简便、检测效率高, 且具有良好的灵敏度与准确性, 可以满足对辣椒中非法添加物苏丹红的检测需求。

参考文献

- [1] DRACINSKA H, INDRA R, JELINKOVA S, *et al.* Benzo[a]pyrene-induced genotoxicity in rats is affected by co-exposure to Sudan I by altering the expression of biotransformation enzymes [J]. *Int J Mol Sci*, 2021, 22(15): 8062.
- [2] XING CH, WANG Y, LIU JC, *et al.* Melatonin reverses mitochondria dysfunction and oxidative stress-induced apoptosis of Sudan I-exposed mouse oocytes [J]. *Ecotox Environ Saf*, 2021, 225: 112783.
- [3] KANTEKIN H, ERTEM B, ASLAN N, *et al.* The use of new metallophthalocyanines carrying peripherally 4-methyl-N-(3-morpholinopropyl) benzenesulfonamide moieties for the sensitive fluorimetric determination of banned food dye Sudan II in red chili peppers [J]. *Spectrochim Acta A*, 2021, 249: 119222.
- [4] MONAGO-MARANA O, ESKILDSEN CE, PENA AM, *et al.* Non-destructive fluorescence spectroscopy combined with second-order calibration as a new strategy for the analysis of the illegal Sudan I dye in paprika powder [J]. *Microchem J*, 2020, 154: 104539.
- [5] ARRIZABALAGA-LARRANAGA A, EPIGMENIO-CHAMU S, SANTOS FJ, *et al.* Determination of banned dyes in red spices by ultra-high-performance liquid chromatography-atmospheric pressure ionization-tandem mass spectrometry [J]. *Anal Chim Acta*, 2021, 1164: 338519.
- [6] SUN TQ, WANG MY, WANG D, *et al.* Solid-phase microextraction based on nickelfoam@polydopamine followed by ion mobility spectrometry for on-site detection of Sudan dyes in tomato sauce and hot-pot sample [J]. *Talanta*, 2020, 207: 120244.
- [7] LI P, HUANG DT, HUANG JS, *et al.* Development of magnetic porous carbon nano-fibers for application as adsorbents in the enrichment of trace Sudan dyes in foodstuffs [J]. *J Chromatogr A*, 2020, 1625: 461305.
- [8] 左晓磊, 韩爱云, 刘强, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定禽蛋中苏丹红的残留量[J]. *食品安全质量检测学报*, 2019, 10(2): 457-462.
- [9] ZUO XL, HAN AIY, LIU Q, *et al.* Determination of Sudan red residues in eggs by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(2): 457-462.
- [10] 胡思怡, 薛昆鹏, 周勇, 等. 改进分子印迹固相萃取-高效液相色谱法同时测定辣椒制品中 4 种苏丹红含量[J]. *食品安全质量检测学报*, 2019, 10(2): 494-499.
- [11] HU SY, XUE KP, ZHOU Y, *et al.* Simultaneous determination of 4 kinds of Sudan red in chili products by improved molecular imprinted solid phase extraction-high performance liquid chromatography [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(2): 494-499.
- [12] HE T, WANG GN, LIU JX, *et al.* Dummy molecularly imprinted polymer based microplate chemiluminescence sensor for one-step detection of Sudan dyes in egg [J]. *Food Chem*, 2019, 288: 347-353.
- [13] YU X, LEE JK, LIU HJ, *et al.* Synthesis of magnetic nanoparticles to detect Sudan dye adulteration in chilli powders [J]. *Food Chem*, 2019, 299: 125144.
- [14] SRIRAM G, BENDRE A, MARIAPPAN E, *et al.* Recent trends in the application of metal-organic frameworks (MOFs) for the removal of toxic dyes and their removal mechanism-a review [J]. *Sustain Mater Technol*, 2022, 31: e00378.
- [15] CHEN J, LI X, HUANG AQ, *et al.* Nonionic surfactants based hydrophobic deep eutectic solvents for liquid-liquid microextraction of

- Sudan dyes in tomato chili sauces [J]. *Food Chem*, 2021, 364: 130373.
- [14] 许胜男, 赵琴, 余琼卫, 等. 磁固相萃取与试剂盒联用快速筛查食品中苏丹红 I 的方法研究 [J]. *食品安全质量检测学报*, 2014, 5(7): 1971–1977.
- XU SN, ZHAO Q, YU QW, *et al.* Kits combined with magnetic solid-phase extraction for the rapid screening detection of Sudan I in foodstuffs [J]. *J Food Saf Qual*, 2014, 5(7): 1971–1977.
- [15] ZHOU QX, LEI M, WU YL, *et al.* Magnetic and thermal dual-sensitive core-shell nanoparticles for highly preconcentration and measurement of Sudan red pollutants [J]. *Chemosphere*, 2021, 279: 130584.
- [16] ADJEI JK, AHORMEGAHA V, BOATENG AK, *et al.* Fast, easy, cheap, robust and safe method of analysis of Sudan dyes in chilli pepper powder [J]. *Heliyon*, 2020, 6(10): e05243.
- [17] SULAIMAN U, SHAH F, KHAN RA. QuEChERS sample preparation integrated to dispersive liquid-liquid microextraction based on solidified floating organic droplet for spectrometric determination of Sudan dyes: A synergistic approach [J]. *Food Chem Toxicol*, 2022, 159: 112742.
- [18] YUAN ZC, ZHOU W, CHEN ZL. Flower-like layered double hydroxide-modified stainless-steel fibers for online in-tube solid-phase microextraction of Sudan dyes [J]. *J Sep Sci*, 2020, 43(7): 1316–1322.
- [19] DALMAZ A, OZAK SS. DES-based vortex-assisted liquid-liquid microextraction procedure developed for the determination of paraben preservatives in mouthwashes [J]. *Microchem J*, 2022, 179: 107445.
- [20] ZHANG KG, LIU C, LI SY, *et al.* Vortex-assisted liquid-liquid microextraction based on a hydrophobic deep eutectic solvent for the highly efficient determination of Sudan I in food samples [J]. *Anal Lett*, 2020, 53(8): 1204–1217.
- [21] GOMEZ-MEJIA E, MIKKELSEN LH, ROSALES-CONRADO N, *et al.* A combined approach based on matrix solid-phase dispersion extraction assisted by titanium dioxide nanoparticles and liquid chromatography to determine polyphenols from grape residues [J]. *J Chromatogr A*, 2021, 1644: 462128.
- [22] CHEN CH, CHUNG WH, DING WH. Determination of benzotriazole and benzothiazole derivatives in marketed fish by double-vortex-ultrasonic assisted matrix solid-phase dispersion and ultra high-performance liquid chromatography-high resolution mass spectrometry [J]. *Food Chem*, 2020, 333: 127516.
- [23] LI JJ, LI YY, XU DL, *et al.* Determination of metrafenone in vegetables by matrix solid-phase dispersion and HPLC-UV method [J]. *Food Chem*, 2017, 214: 77–81.
- [24] LIANG P, ZHAO YX, LI P, *et al.* Matrix solid-phase dispersion based on cucurbit [7] uril-assisted dispersive liquid-liquid microextraction coupled with high performance liquid chromatography for the determination of benzimidazole fungicides from vegetables [J]. *J Chromatogr A*, 2021, 1658: 462592.
- [25] WANG ZB, ZHANG LY, LI N, *et al.* Ionic liquid-based matrix solid-phase dispersion coupled with homogeneous liquid-liquid microextraction of synthetic dyes in condiments [J]. *J Chromatogr A*, 2014, 1348: 52–62.
- [26] KESIUNAITI G, LINKEVICIUTE A, NAUJALIS E, *et al.* Matrix solid-phase dispersion extraction and UPLC determination of Sudan dyes in chili powder [J]. *Chromatographia*, 2009, 70: 1691–1695.
- [27] FOTOUHI M, SEIDI S, SHANEHSAZ M, *et al.* Magnetically assisted matrix solid phase dispersion for extraction of parabens from breast milks [J]. *J Chromatogr A*, 2017, 1504: 17–26.
- [28] ARABI M, GHAEDI M, OSTOVAN A. Development of dummy molecularly imprinted based on functionalized silica nanoparticles for determination of acrylamide in processed food by matrix solid phase dispersion [J]. *Food Chem*, 2016, 210: 78–84.
- [29] WU X, ZHANG XX, YANG YQ, *et al.* Development of a deep eutectic solvent-based matrix solid phase dispersion methodology for the determination of aflatoxins in crops [J]. *Food Chem*, 2019, 291: 239–244.
- [30] SILVA MC, ORLANDO RM, FARIA AF. Electrical field assisted matrix solid phase dispersion as a powerful tool to improve the extraction efficiency and clean-up of fluoroquinolones in bovine milk [J]. *J Chromatogr A*, 2016, 1461: 27–34.
- [31] AZNAR R, ALBERO B, SANCHEZ-BRUNETE C, *et al.* Simultaneous determination of multiclass emerging contaminants in aquatic plants by ultrasound-assisted matrix solid-phase dispersion and GC-MS [J]. *Environ Sci Pollut Res Int*, 2017, 24: 7911–7920.

(责任编辑: 韩晓红 于梦娇)

作者简介



武曦, 博士, 副教授, 主要研究方向为复杂样品分析方法研究。

E-mail: wuxi040252768@163.com