



Original Article

Application of UPLC/MS/MS Method for Determination of Sudan I in Chili Sauces

Nguyen Kieu Hung^{1,*}, Truong Quang Hien¹, Tran Ngoc Hien¹,
Nguyen Thi Thuy Linh¹, Nguyen Thi Ha²

¹*Environment Police Department, Ministry of Public Security
497 Nguyen Trai, Thanh Xuan, Hanoi, Vietnam*

²*VNU University of Science, 334 Nguyen Trai, Thanh Xuan, Hanoi, Vietnam*

Received 21 June 2023

Revised 04 August 2023; Accepted 16 August 2023

Abstract: This study was carried out to verify and evaluate a method to quantify the relative Sudan I color product using ultra-high performance liquid chromatography coupled with tandem mass spectrometry (UPLC/MS/MS). Sudan I was extracted through an Oasis HLB 3cc Vac Cartridge solid phase extraction column 60 mg, after that quantified by UPLC/MS/MS. The program uses a C18 column (2.1 x 100 mm, 1.7 μ m), the mobile phase is acetonitrile and water containing 0.1% formic acid, the flow rate is 0.4 ml/min. Running conditions of MRM (Multiple Reaction Monitoring) mode, select molecular ion fragment 249 amu. The verification results have good linearity, the limit of detection (LOD) and the limit of quantification (LOQ) of the analytical procedure are 1.17 and 3.72 ng/g, respectively. The Sudan I recovery efficiency ranged from 82.00-107.33% with the relative standard deviation (RSD) between 4.35-9.04%. Highly sensitive sample extraction procedure is suitable for the determination of Sudan I in food based on 4 ionic fragments characteristics, meeting the requirements of the decision 2002/657/EC of the common European community. The verified analytical procedure was applied to quantitatively identify Sudan I in 21 chili samples. The results showed that Sudan I was not detected in all analyzed samples. The analytical procedure of Sudan I in this study could be used for food safety testing.

Keywords: Sudan I; UPLC/MS/MS; chili sauces; food safety.

* Corresponding author.

E-mail address: hungfly.77@gmail.com

<https://doi.org/10.25073/2588-1094/vnuees.4963>

Áp dụng phương pháp phân tích UPLC/MS/MS để xác định hàm lượng Sudan I trong tương ớt

Nguyễn Kiều Hưng^{1,*}, Trương Quang Hiền¹, Trần Ngọc Hiền¹,
Nguyễn Thị Thùy Linh¹, Nguyễn Thị Hà²

¹Cục Cảnh sát phòng, chống tội phạm về môi trường, Bộ Công an,
497 Nguyễn Trãi, Thanh Xuân, Hà Nội, Việt Nam

²Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, Đại học Quốc gia Hà Nội,
334 Nguyễn Trãi, Thanh Xuân, Hà Nội, Việt Nam

Nhận ngày 21 tháng 6 năm 2023

Chỉnh sửa ngày 04 tháng 8 năm 2023; Chấp nhận đăng ngày 16 tháng 8 năm 2023

Tóm tắt: Nghiên cứu này được thực hiện nhằm thẩm định phương pháp định lượng phẩm màu Sudan I trong tương ớt bằng sắc ký lỏng siêu hiệu năng khối phổ hai lần (UPLC/MS/MS). Sudan I được tách chiết qua cột chiết pha rắn Oasis HLB 3 cc Vac Cartridge 60 mg, sau đó định lượng bằng UPLC/MS/MS. Chương trình sắc ký sử dụng cột C18 (2,1 x 100 mm; 1,7 μ m), pha động là acetonitrile (ACN) và nước chứa 0,1% axit formic, tốc độ dòng 0,4 ml/phút. Điều kiện phân tích khối phổ ở chế độ MRM (Multiple Reaction Monitoring), chọn mảnh ion phân tử 249 amu. Kết quả thẩm định có độ tuyến tính cao, giới hạn phát hiện và giới hạn định lượng của quy trình phân tích tương ứng là 1,17 và 3,72 ng/g. Hiệu suất thu hồi Sudan I dao động trong khoảng 82,00-107,33% với độ lệch chuẩn tương đối (RSD) trong khoảng 4,35-9,04%, đáp ứng quy định của AOAC. Quy trình chiết mẫu có độ nhạy cao, phù hợp cho việc xác định Sudan I trong thực phẩm dựa vào 4 mảnh ion đặc trưng, đáp ứng yêu cầu theo quyết định 2002/657/EC của Cộng đồng Châu Âu. Quy trình này được áp dụng để phân tích hàm lượng Sudan I trong 21 mẫu tương ớt thực tế trên địa bàn Hà Nội, các mẫu phân tích đều không phát hiện thấy Sudan I. Quy trình này sẽ tiếp tục được áp dụng để phân tích Sudan I trong các mẫu tương ớt và một số đối tượng mẫu thực phẩm tương tự.

Từ khóa: Sudan I; UPLC/MS/MS; tương ớt, an toàn thực phẩm.

1. Mở đầu

Sudan I là một loại phẩm màu công nghiệp, ở dạng bột có màu đỏ, được phép sử dụng trong một số ngành công nghiệp như dệt may, giấy, sơn, mỹ phẩm,... nhưng không được phép sử dụng trong thực phẩm. Ở Việt Nam, Sudan I không có trong danh mục các chất phụ gia thực phẩm được phép sử dụng. Tuy nhiên, do phẩm

màu thực phẩm và tự nhiên có độ bền kém hơn, giá thành cao hơn phẩm màu công nghiệp, nên Sudan I vẫn được sử dụng trái phép khá phổ biến để nhuộm màu thực phẩm như bánh kẹo, mứt, hạt dưa,... đặc biệt là trong gia vị như tương ớt, bột ớt, bột cà ri,... gây nhiều tác hại cho con người khi sử dụng những loại thực phẩm chứa thành phần này [1].

* Tác giả liên hệ.

Địa chỉ email: hungfly.77@gmail.com

<https://doi.org/10.25073/2588-1094/vnuees.4963>

Việc nghiên cứu xác định Sudan I trong thực phẩm đã được nhiều tác giả thực hiện [1-3]. Với mục tiêu hướng tới sự tương đồng của các phương pháp phân tích trên thế giới cũng như trong nước khi tham gia các chương trình thử nghiệm thành thạo, bài báo này giới thiệu phương pháp phát hiện, định lượng Sudan I trong tương ớt sử dụng thiết bị sắc ký lỏng siêu hiệu năng khối phổ hai lần (UPLC/MS/MS). Phương pháp này đang được các phòng thí nghiệm quan tâm nghiên cứu để tận dụng ưu điểm của detector MS/MS so với detector UV. Trên thế giới, phương pháp UPLC/MS/MS đã được áp dụng để xác định đồng thời 10 loại phẩm màu không được phép sử dụng cho gà đẻ (Sudan I, Sudan II, Sudan III, Sudan IV, Sudan Red G, Sudan Orange G, Sudan Red 7B, Para-Red, Toluidine Red, Citrus màu đỏ). Các mẫu phẩm màu cũng được chiết xuất bằng phương pháp chiết lỏng-lỏng với acetonitrile với sự có mặt của sodium sulfate khan, sau đó được làm sạch bằng silica phủ zirconium [4]. Phương pháp UPLC/MS/MS còn được sử dụng để phân tích phẩm màu sử dụng trong một số loại mỹ phẩm như son môi, bóng môi và màu mắt [5]. UPLC/MS/MS còn được sử dụng kết hợp với phương pháp chiết màng polyamide để xác định nhanh phẩm màu công nghiệp sử dụng trong sản phẩm ngũ cốc và thịt. Polyamide được sử dụng làm chất hấp phụ trong màng với N-propyl Ethylenediamine (PSA) để giữ lại các phẩm màu công nghiệp, trong khi hầu hết các thành phần khác được đưa qua màng. Sau đó, phẩm màu công nghiệp được tách ra khỏi màng polyamide bằng các dung môi khác nhau để phân tích. Tuy nhiên, độ thu hồi của phương pháp biến động trong khoảng rộng từ 71 đến 126% và độ chính xác nằm trong khoảng 3-13% [6]. Ngoài xác định phẩm màu, UPLC/MS/MS còn được sử dụng để xác định nhiều nhóm chất khác nhau như lượng vết thuốc trừ sâu, hàm lượng vitamine, hàm lượng lactose trong sữa (free lactose), saccarose trong các sản phẩm không bổ sung đường, một số nhóm phụ gia thực phẩm: parabens, anthocyanin, steviol glycosides,...

Phương pháp UPLC/MS/MS trong nghiên cứu này có độ nhạy và độ chọn lọc cao, thời gian

phân tích nhanh, giảm thiểu ảnh hưởng đến sức khỏe của người phân tích và môi trường, dễ dàng áp dụng ở các cơ sở có thiết bị phân tích UPLC. Mẫu được chiết bằng kỹ thuật chiết pha rắn sử dụng cột Oasis HLB 3 cc Vac Cartridge, 60 mg, sau đó định lượng trên UPLC/MS/MS. Phương pháp đã được thẩm định về độ phù hợp của hệ thống sắc ký, tính đặc hiệu, độ chính xác, độ đúng, giới hạn phát hiện, giới hạn định lượng, đáp ứng yêu cầu theo quyết định của Cộng đồng Châu Âu [7].

2. Phương pháp nghiên cứu

2.1. Hoá chất

Tất cả các hóa chất dùng trong nghiên cứu đều thuộc loại tinh khiết phân tích. Methanol (MeOH), Acetonitrile (ACN) của Merck, Đức, loại dùng cho HPLC. Nước tinh khiết dùng cho HPLC; Chuẩn Sudan I 98% (Canto, Nhật); NH₄OH 25% (Trung Quốc), ethyl acetat 99,5% (Merck, Đức), acetone 99,8% (Merck, Đức), axit formic 98% (Tây Ban Nha), axit acetic 99,5% (Trung Quốc). Dung dịch chuẩn gốc Sudan I có nồng độ 1000 µg/ml được pha trong MeOH, bảo quản ở -20 °C. Dung dịch chuẩn Sudan I làm việc được pha từ chuẩn gốc có nồng độ lần lượt là 10; 15; 20; 30 và 50 ng/ml bằng MeOH:H₂O (1:1), chuẩn bị trước khi sử dụng. Pha động: kênh A là nước (0,1% axit formic) và kênh B là ACN. Chương trình pha động bắt đầu từ 40% A, giữ trong 2 phút, giảm xuống 0% A tại 4,0 phút và kết thúc tại điều kiện ban đầu, tổng thời gian phân tích là 5 phút, tốc độ dòng 0,4 ml/phút, thể tích mẫu bơm 10 µl.

2.2. Thiết bị

Thiết bị sắc ký lỏng siêu hiệu năng khối phổ UPLC/MS/MS (Waters, Mỹ) gồm các bộ phận chính như bơm, bộ tiêm mẫu tự động, bộ điều nhiệt cột, bộ khử khí, bộ ghép nối khối phổ Waters Acquity TQ Detector và phần mềm xử lý Masslynx 4.1. Cột sắc ký Acquity UPLC^(R)BEH C18 (2,1 x 100 mm; 1,7 µm). Chế độ phân tích đa kênh MRM, kiểu ion hóa dương, nhiệt độ

nguồn 150 °C, nhiệt độ khử dung môi 250 °C. Điện thế mao quản 4,0 kV; điện thế cone 25 V; áp suất chân không $3,52 \cdot 10^{-3}$ mbar [2].

2.3. Quy trình xử lý mẫu [2]

Chuẩn bị mẫu trắng: mẫu trắng được chuẩn bị như mẫu thử, sau đó phân tích trên hệ UPLC/M/MS. Mẫu không phát hiện thấy Sudan I được sử dụng làm mẫu trắng.

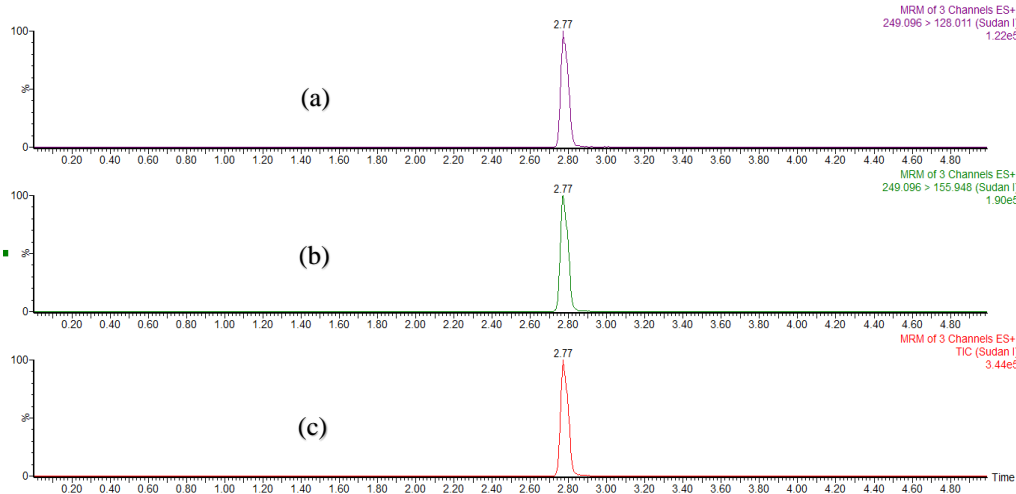
Chuẩn bị mẫu thử: cân chính xác 2,0 g mẫu phân tích đã được đồng nhất vào ống ly tâm 50 ml. Thêm 10 ml acetone, vortex 5 phút cho đều mẫu, ly tâm 4500 vòng/phút trong 5 phút ở nhiệt độ phòng, sau đó gạn lấy phần dịch trong. Hút toàn bộ dịch trong (lớp phía trên) cho vào ống ly tâm 50 ml khác đã có 10 ml NH₄OH 5%, vortex 30 giây cho đồng nhất. Lắp cột chiết Oasis HLB và hoạt hóa cột lần lượt với 2 ml ethyl acetat, 2 ml MeOH, 2 ml H₂O. Nạp mẫu: cho toàn bộ mẫu qua cột với tốc độ khoảng 1 ml/phút. Rửa tạp: rửa tạp lần lượt bằng 2 ml ACN:NH₄OH

5% (40:60); 2 ml H₂O; 2 ml ACN:CH₃COOH 5% (40:60). Rửa giải: rửa giải bằng cách thêm chính xác 3 ml ethyl acetat, ngâm trong cột khoảng 1 phút, sau đó rửa giải chậm với tốc độ khoảng 0,5 ml/phút. Thu toàn bộ dịch rửa giải và thổi khô dưới dòng khí nitơ ở nhiệt độ 40 °C. Hòa cạn bằng 1 ml MeOH, lọc qua màng lọc 0,2 μm, cho vào lọ bơm mẫu và tiến hành đo trên máy UPLC/MS/MS.

3. Kết quả và thảo luận

3.1. Kết quả xác định điều kiện phân tích Sudan I

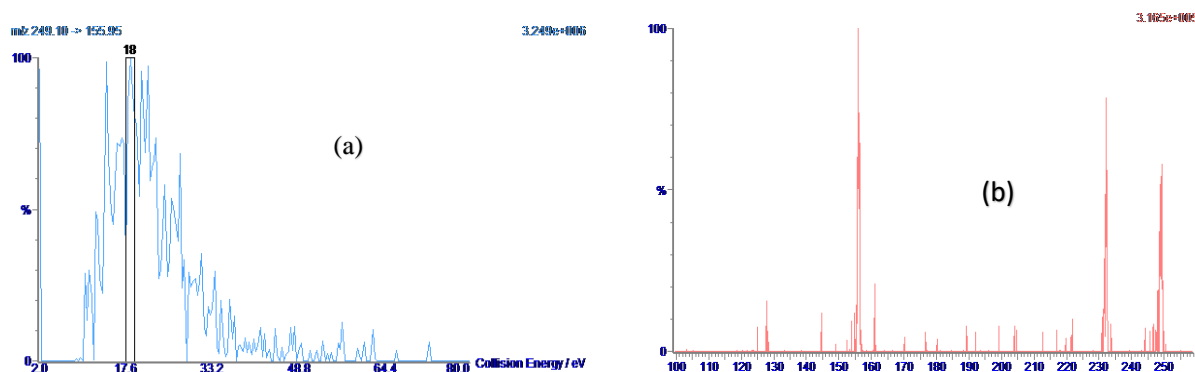
Áp dụng các điều kiện phân tích nêu ở mục 2 để phân tích dung dịch chuẩn Sudan I ở mức nồng độ 50 ng/ml, thu được tín hiệu với thời gian lưu của Sudan I là 2,77 phút (Hình 1). Năng lượng phân mảnh các ion đặc trưng được trình bày trong Bảng 1. Năng lượng và sắc đồ bắn phá ion Sudan I được chỉ ra ở Hình 2.



Hình 1. Sắc ký đồ của dung dịch chuẩn Sudan I nồng độ 50 ng/ml: (a) Sắc đồ ion xác nhận 249 > 128,011, (b) sắc đồ ion định lượng 249 > 155,948 và (c) sắc đồ tổng ion.

Bảng 1. Năng lượng phân mảnh ion của Sudan I

Tên chất	Ion sơ cấp (m/z)	Ion thứ cấp (m/z)	Thời gian Dwell (s)	Điện thế Cone (V)	Năng lượng Cone (eV)
Sudan I	249,0958	155,9848 (*)	0,106	26	18
		128,0114	0,106	26	28
(*) ion định lượng					



Hình 2. Năng lượng và sắc đồ bắn phá ion Sudan I (m/z 249,10 \rightarrow 155,95):
(a) sắc đồ năng lượng bắn phá ion và (b) là sắc đồ phân mảnh ion).

3.2. Đánh giá tính đặc hiệu

Quá trình phân tích bằng kỹ thuật UPLC-MS/MS gồm có hai giai đoạn cần phải tối ưu các điều kiện phân tích để đạt được độ nhạy cao gồm giai đoạn tách trên UPLC và giai đoạn xác định bằng MS/MS. Trong nghiên cứu này, kỹ thuật sắc ký lỏng pha đảo được sử dụng với cột C18, pha động là ACN và axit formic 0,1% trong nước. Chương trình gradient pha động được tối ưu để tách Sudan I ra khỏi nền mẫu. Kỹ thuật UPLC/MS/MS nhìn chung luôn có tính đặc hiệu cao, sự có mặt của chất phân tích (định tính) đều được khẳng định chắc chắn thông qua ion phân tử và ion sản phẩm. Theo quyết định 657/2002/EC của Cộng đồng châu Âu [7], tính đặc hiệu được đánh giá thông qua số điểm nhận

dạng (IP) và tỷ lệ các ion xác nhận và định lượng. Số điểm IP cần phải đạt 4 điểm, trong đó mỗi ion mẹ được tính là 1 điểm, mỗi mảnh ion con được tính 1,5 điểm. Đối với kỹ thuật MS/MS, chất phân tích được ion hóa có thể tạo thành nhiều mảnh ion sản phẩm khác nhau tùy thuộc vào kỹ thuật ion hóa âm hay ion hóa dương. Chế độ ion hóa dương thường tạo thành ion phân tử dạng $[M+H]^+$, $[M+CH_3OH]^+$, $[M+Na]^+$,... Trong nghiên cứu này, dung dịch chuẩn Sudan I có nồng độ 100 ppm được bơm vào khối phổ với tốc độ dòng 20 μ l/phút, chế độ bắn phá ion hóa dương. Kết quả chỉ ra ở Bảng 1 và 2 cho thấy phương pháp có tính đặc hiệu tốt, đáp ứng các yêu cầu của Cộng đồng châu Âu [7] khi so sánh tỉ lệ ion trên mẫu phân tích và mẫu chuẩn.

Bảng 2. Kết quả khảo sát ảnh hưởng của nền mẫu và cường độ dao động ion

Nồng độ Sudan I (ng/ml)		Cường độ dao động ion			Khoảng dao động ion (%)
		20	30	50	
Dung dịch chuẩn	A ₁₅₆	3467	5420	8767	0,49-0,74
	A ₁₂₈	2116	3344	5493	
Thêm vào mẫu sau xử lý	A ₁₅₆	3032	5744	8732	0,49-0,73
	A ₁₂₈	1843	3958	4541	

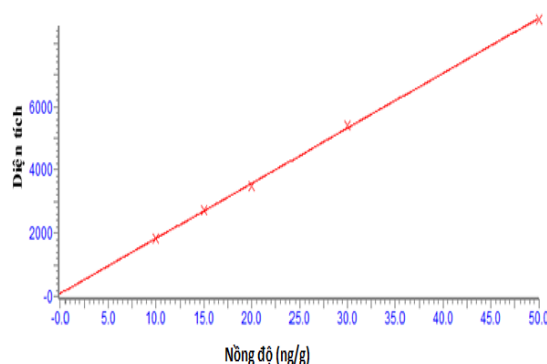
3.3. Đường chuẩn, giới hạn phát hiện (LOD) và giới hạn xác định (LOQ)

Đường chuẩn xây dựng trên nền mẫu trắng thêm chuẩn (phương pháp thêm chuẩn) tại các nồng độ 10, 15, 20, 30 và 50 ng/g. Kết quả cho

thấy đường chuẩn Sudan I tuyến tính trong khoảng từ 10-50 ng/g, $R^2 > 0,998$; độ thu hồi ở các điểm chuẩn đều thỏa mãn yêu cầu ($\leq 15\%$).

Xác định LOD bằng cách chuẩn bị 7 mẫu có nồng độ Sudan I là 10 ng/g. Chiết mẫu và tính

hàm lượng Sudan I theo phương trình đường chuẩn (Hình 3) để xác định nồng độ của Sudan I trong dung dịch. Từ các giá trị sai khác này thu được giá trị SD, và xác định giá trị LOD và LOQ. Đánh giá độ tin cậy LOD thông qua giá trị R ($R = X_{tb \text{ mẫu thử}} / LOD$). Nếu $4 < R < 10$ thì nồng độ dung dịch thử là phù hợp và LOD tính được là đáng tin cậy, nếu $R < 4$ thì phải dùng dung dịch thử đậm đặc hơn (thêm chuẩn), $R > 10$ thì phải dùng dung dịch thử loãng hơn (pha loãng dung dịch thử). Kết quả nghiên cứu cho giá trị $R = 9,16$ thoả mãn điều kiện $4 < R < 10$ [11]. Như vậy, tại nồng độ dung dịch thử 2 ng/g là phù hợp và giá trị LOD tính được là tin cậy (xem Bảng 3).



Hình 3. Đường chuẩn định lượng Sudan I.

Bảng 3. Giới hạn phát hiện Sudan I

Mẫu	Kết quả (ng/g)			
SPK 2,0-1	10,9	}		
SPK 2,0-2	10,4			X_{tb} 10,7
SPK 2,0-3	10,4			SD 0,37
SPK 2,0-4	10,4			LOD 1,17
SPK 2,0-5	11,3			LOQ 3,72
SPK 2,0-6	10,6			R 9,16
SPK 2,0-7	11,1			

Bảng 3 chỉ rõ giá trị LOD của nghiên cứu này tương tự với nghiên cứu của Choon Keow NG và cộng sự (2005) [2], trong đó phương pháp UPLC/MS/MS được sử dụng để xác định lượng vết thành phần Sudan I, II, III và IV trong mẫu cà chua và tương ớt. Với việc sử dụng kết hợp UPLC và Waters® Quattro micro™ API phương pháp có nhạy cao với giới hạn phát hiện 0,1 đến 1,7 ng/g [2]. Tuy nhiên, giới hạn phát hiện của nghiên cứu này lại thấp hơn đáng kể so với nghiên cứu của Christelle Robert và cộng sự (2021) [8]. Trong nghiên cứu đó, 7 loại thuốc nhuộm azo khác nhau gồm Sudan, Rhodamine, Dimethyl Yellow, Para Red và Orange II trong ớt bột đã được xác định khi sử dụng đồng thời ACQUITY UPLC I-Class được ghép nối với hệ thống micro MS/MS Xevo TQ-S. Kết quả cho thấy có thể phân tích được ở ngưỡng nồng độ thấp hơn nhiều (thấp nhất là 0,125 µg/g) so với giới hạn sử dụng để phân tích các phẩm màu trái phép trong thực phẩm [8].

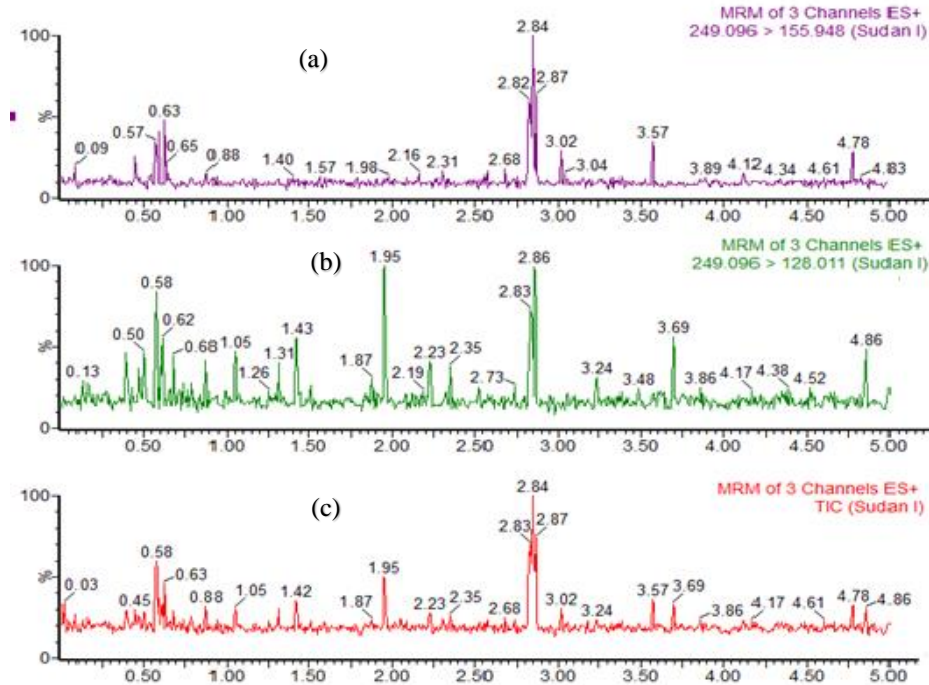
3.4. Kết quả khảo sát, xác định độ lặp lại và độ thu hồi

Độ thu hồi được đánh giá dựa vào mẫu thêm chuẩn tại 3 mức nồng độ 20; 30 và 40 ng/g. Sử dụng đường chuẩn để tính toán. Tại mỗi nồng độ, thực hiện chiết độc lập và phân tích 3 lần lặp lại trong 3 ngày khác nhau (xem Bảng 4).

Kết quả Bảng 4 cho thấy hiệu suất thu hồi đạt khá cao, dao động trong khoảng 82,00-107,33%, phù hợp với yêu cầu của Cộng đồng châu Âu [7]. Kết quả này cũng tương đương với hiệu suất thu hồi khi xác định phẩm màu Sudan I, Sudan II, Sudan III và Sudan IV trong tương ớt bằng phương pháp sắc ký điện động mixen (micellar electrokinetic chromatography – MEKC) cũng đạt rất cao từ 85 đến 99%. Trong điều kiện tối ưu hóa, phẩm màu azo được tách đường nền trong vòng dưới 8 phút với giới hạn phát hiện (LOD) trong khoảng 0,57-0,71 µg/ml ($S/N > 3$) [9].

Bảng 4. Hiệu suất thu hồi tính trên nền mẫu tương ợt

Lần ợt	Nồng độ và hiệu suất thu ợt					
	Ngày 1	H%	Ngày 2	H%	Ngày 3	H%
Nồng độ $C_1 = 20 \text{ ng/g}$						
Lần 1	18,6	93,00	17,3	86,50	19,4	97,00
Lần 2	17,9	89,50	16,4	82,00	19,1	95,50
Lần 3	16,6	83,00	19,2	96,00	17,3	86,50
TB	17,70		17,63		18,60	
SD	1,01		1,43		1,14	
RSD%	5,73		8,11		6,11	
Nồng độ $C_2 = 30 \text{ ng/g}$						
Lần 1	28,3	94,33	30,2	100,67	32,2	107,33
Lần 2	27,6	92,00	27,6	92,00	28,7	95,67
Lần 3	25,2	84,00	25,2	84,00	29,5	98,33
TB	27,03		27,67		30,13	
SD	1,63		2,50		1,83	
RSD%	6,01		9,04		6,09	
Nồng độ $C_3 = 40 \text{ ng/g}$						
Lần 1	34,8	87,00	36,8	92,00	34,1	85,25
Lần 2	37,4	93,50	35,3	88,25	38,2	95,50
Lần 3	37,7	94,25	32,8	82,00	35,4	88,50
TB	36,63		34,97		35,90	
SD	1,59		2,02		2,10	
RSD%	4,35		5,78		5,84	



Hình 4. Sắc ồ phân tích Sudan I trong mẫu tương ợt thực tế trên thị trường Hà Nội: (a) là sắc ồ ion định lượng, (b) là sắc ồ ion xác nhận, (c) là sắc ồ tổng ion.

3.5. Kết quả phân tích Sudan I trong một số mẫu tương ớt trên thị trường

Quy trình phân tích sau khi thẩm định đã được áp dụng để phân tích hàm lượng Sudan I trong 21 mẫu tương ớt lấy ngẫu nhiên trên thị trường Hà Nội. Kết quả cho thấy không phát hiện thấy hàm lượng Sudan I trong tất cả các mẫu này (Hình 4). Kết quả này cũng tương đồng với nghiên cứu sử dụng kỹ thuật HPLC với detector UV-VIS để xác định 4 dạng Sudan (I, II, III và IV) trong mỹ phẩm và thực phẩm, cũng không phát hiện thấy Sudan trong các mẫu mỹ phẩm và thực phẩm nghiên cứu [10]. Nghiên cứu sẽ tiếp tục áp dụng để khảo sát các mẫu tương ớt và các đối tượng mẫu thực phẩm tương tự khác nhau trên thị trường nhằm minh chứng khả năng áp dụng của phương pháp và đảm bảo chất lượng thực phẩm.

4. Kết luận

Nghiên cứu đã thẩm định quy trình xác định Sudan I trong tương ớt sử dụng kỹ thuật UPLC/MS/MS đạt độ nhạy và độ chọn lọc cao, thời gian phân tích nhanh. Giá trị LOD và LOQ tương ứng là 1,17 và 3,72 ng/g. Hiệu suất thu hồi Sudan I dao động trong khoảng 82,00-107,33% với độ lệch chuẩn tương đối (RSD) trong khoảng 4,35-9,04%. Các kết quả khảo sát đáp ứng yêu cầu theo quyết định 657/2002/EC của Cộng đồng Châu Âu. Quy trình sau khi thẩm định đã được áp dụng để phân tích 21 mẫu tương ớt thực tế trên địa bàn Hà Nội. Các mẫu thu thập đều không phát hiện thấy Sudan I. Mặc dù trong đợt khảo sát chưa phát hiện mẫu có Sudan I, quy trình phân tích trên sẽ vẫn tiếp tục được áp dụng để phân tích, kiểm soát Sudan I trong các mẫu tương ớt nói riêng và một số mẫu thực phẩm nói chung.

Tài liệu tham khảo

- [1] B. T. Ngoan, T. T. Thang, D. T. Quyen, P. V. Hoan, Determination of Sudan I in Some Spices by High-Performance Liquid Chromatography, *Journal of Practical Medicine*, Vol. 641, 2009, pp. 3-5 (in Vietnamese).
- [2] K. N. Choon, N. Tanaka, M. Kim, S. L. Yap, A Rapid and Sensitive Analysis Method of Sudan I, II, III & IV in Tomato Sauce Using Ultra Performance LC/MS/MS, *Application Note: Waters Asian, Regional Technology Center, Singapore*, 2005.
- [3] B. Stuart, Analysis of Illegal Dyes in Paprika Powder by LC – MS/MS, *Statutory Analysis Government Chemist Programme Ad Hoc Project 1, Government Chemist - GOV. UK*, 2006.
- [4] M. Piątkowska, P. Jedziniak, J. Żmudzki, Determination of Illegal Dyes in Eggs by Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry, *Bull Vet Inst Pulawy*, Vol. 58, 2014, pp. 247-253.
- [5] Y. Xian, Y. Wu, X. Guo, Y. Lu, H. Luo, D. Luo, Y. Chen, Simultaneous Determination of 11 Restricted Dyes in Cosmetics by Ultra High-Performance Liquid Chromatography/Tandem Mass Spectrometry: *Anal. Methods*, Vol. 5, 2013, pp. 1965-1974.
- [6] Y. He, X. Liu, Y. Zhu, Y. Liu, L. Li, J. Wang, A. M. A. E. Aty, Polyamide Membrane Pretreatment Combined with UPLC-MS/MS for The Determination of Industrial Dyes in Grain and Meat Products, *Research Square Company Condemns Russia's Invasion of Ukraine*, 2022.
- [7] European Commission, Decision of 12 August 2002 Implementing Council Directive 96/23/EC Concerning the Performance of Analytical Methods and the Interpretation of Results, *J. Eur. Commun*, 2002/657/EC, 2002.
- [8] S. F. Tatiana, M. C. Puyana, F. M. T. Marina, C. Alejandro, Fast Determination of Sudan Dyes in Chilli Tomato Sauces Using Partial Filling Micellar Electrokinetic Chromatography. *J. Agric. Food Chem*, Vol. 59, No. 22, 2011, pp. 11903-11909.
- [9] N. V. Yen et al., Study of Sample Procedures to Identify Sudan in Cosmetic and Food Samples, *Journal of Medical Pharmaceutical Research*, Vol. 411, No. 50, 2010, pp. 18-23 (in Vietnamese).
- [10] V. L. Phuong, N. T. H. Binh, D. T. Huyen, L. T. K. Van, T. C. Son, L. T. H. Hao, Research on Simultaneous Determination of Banned Color Substances Illegally in Food by Liquid Chromatography Mass Spectrometry, *Vietnam Journal of Food Control*, Vol. 3, No. 1, 2010, pp. 1-10 (in Vietnamese).
- [11] T. C. Son, *Method Validation and Uncertainty Assessment in Chemical Analysis*, Science and Technics Publishing House, 2021 (in Vietnamese).