

酱腌菜中糖精钠的测定

1、适用范围

适用于酱腌菜中糖精钠的测定

2、溶液的配制

标准储备液：精确称取糖精钠标准品 100mg（精确至 0.5 mg），分别用水溶解并定容到 100mL，浓度为 1mg/mL

标准使用液：移取 1mL 1mg/mL 糖精钠标准储备液于 100mL 容量瓶中,用水定容到 100mL，配成混合使用液,浓度为 10 μ g/mL

乙酸铵溶液（0.02mol/L）：称取 1.54g 乙酸铵，用水定容至 1L。

3、提取步骤

称取 2g 样品，加入 20mL 甲醇，5ml 正己烷，充分混匀，超声提取 15min，离心 2min（7000r/min），取甲醇相于 100mL 鸡心瓶中；再重复提取两次；向合并后的甲醇相中加入 1mL 水，在 35 $^{\circ}$ C 条件下减压蒸馏至近干，加入 2mL 水，混匀，待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom $^{\circledR}$ C18 规格：500 mg/6mL

活化：5mL 甲醇，5mL 水，弃去

上样：待净化液全部上样，收集于 25mL 容量瓶中

洗脱：加入 5mL 水润洗鸡心瓶，重复润洗 4 次，收集于 25mL 容量瓶中，抽干柱子

定容：合并上样液和洗脱液，定容至 25mL，过水膜 0.22 μ m,上 HPLC 检测。

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

5、注意事项

- 1) 离心后尽量吸取澄清上清液，避免上样时堵住塞板；
- 2) 多次淋洗是尽可能减少目标物的损失。
- 3) 淋洗时可适当加正压，使其能保证 1 滴/秒
- 4) 加标水平：2g 样中，添加 1mL 10mg/L 标准使用液，得到加标水平为 5mg/kg。最终定容到 25mL，机读数为 0.4mg/L。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® ODS-3 4.6×250mm, 5μm

流动相：0.02mol/L 乙酸铵溶液：甲醇(88:12)

流速：1.0mL/min

柱温：30℃

进样量：20μL

波长：214nm

7、色谱图或者加标回收率结果

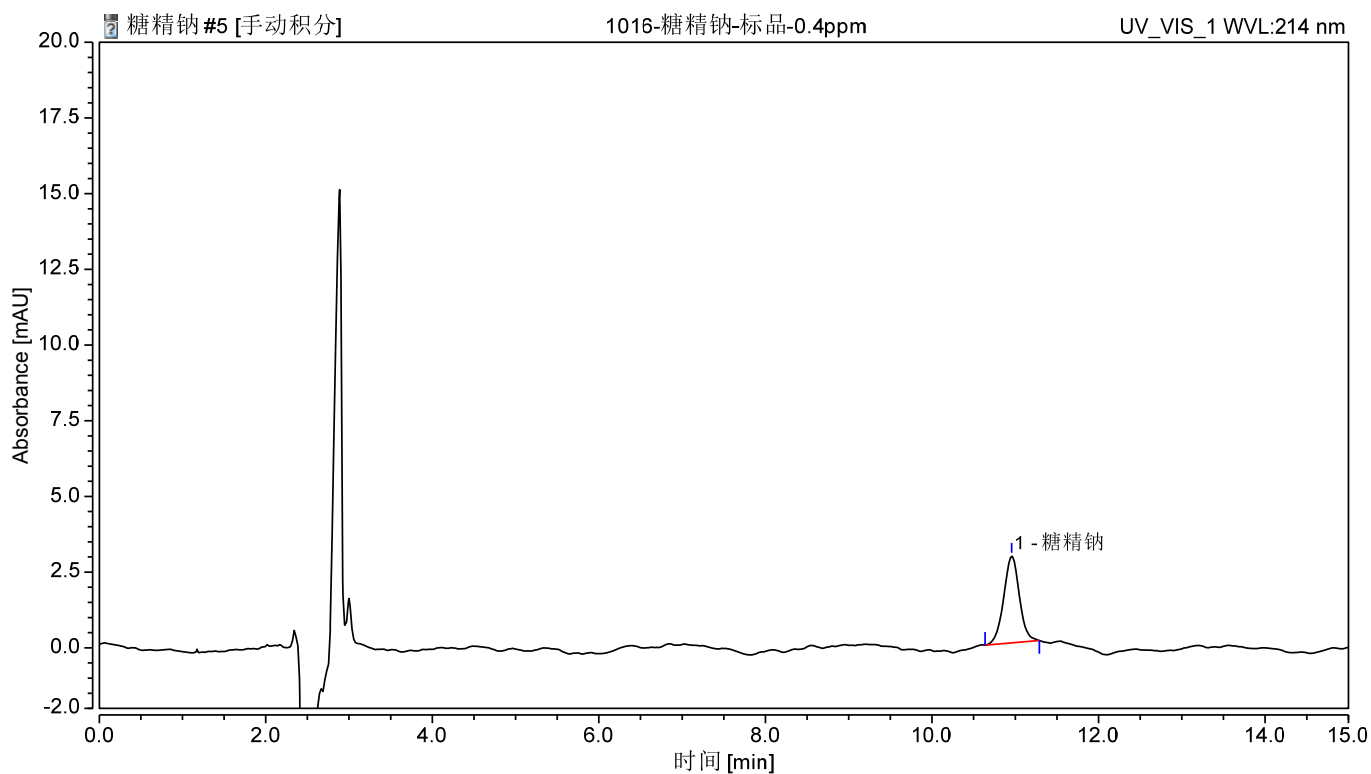


图 1.糖精钠标准品 0.4mg/L 图谱

表 1：相关峰信息

序号	峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	分离度	不对称度	塔板数
1	糖精钠	10.957	0.625	2.916	100.00	n. a.	1.13	16488

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

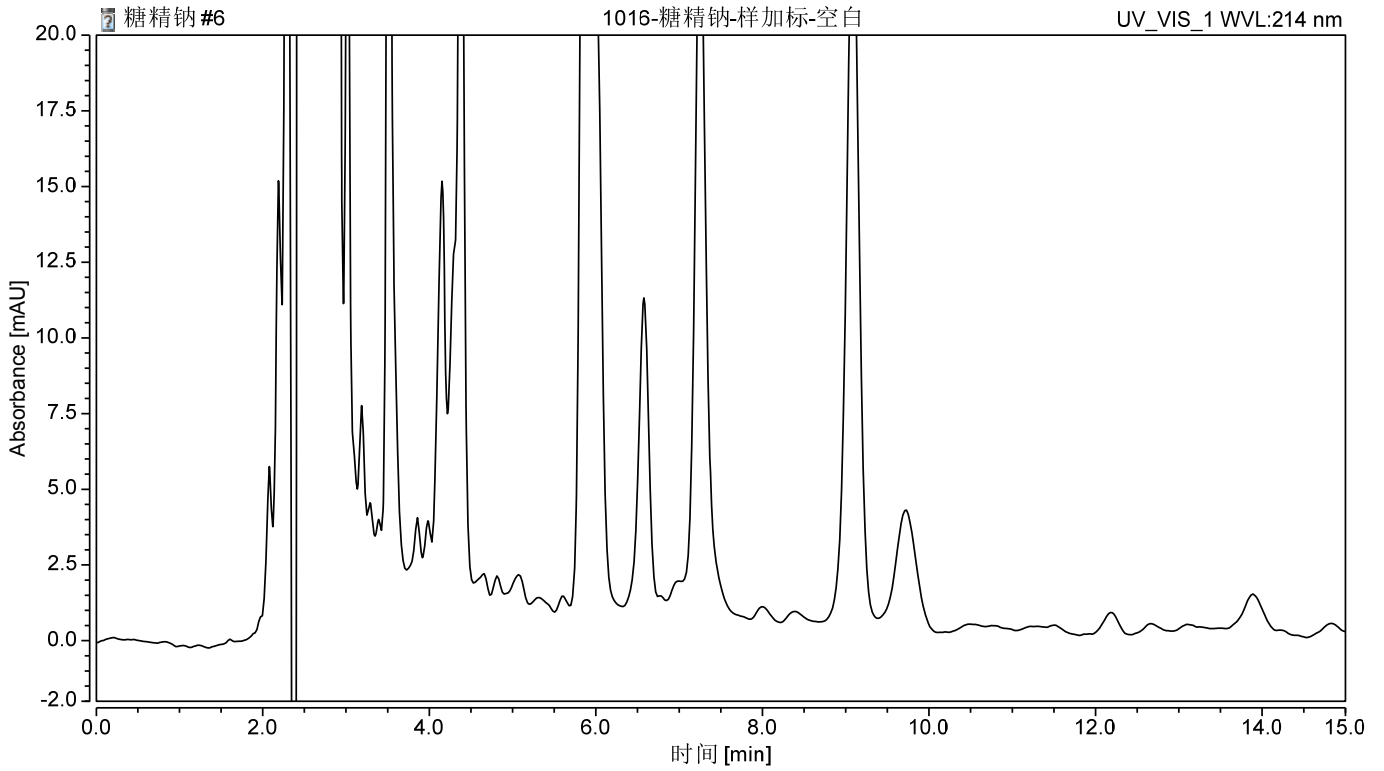


图 2 酱腌菜样品空白图谱

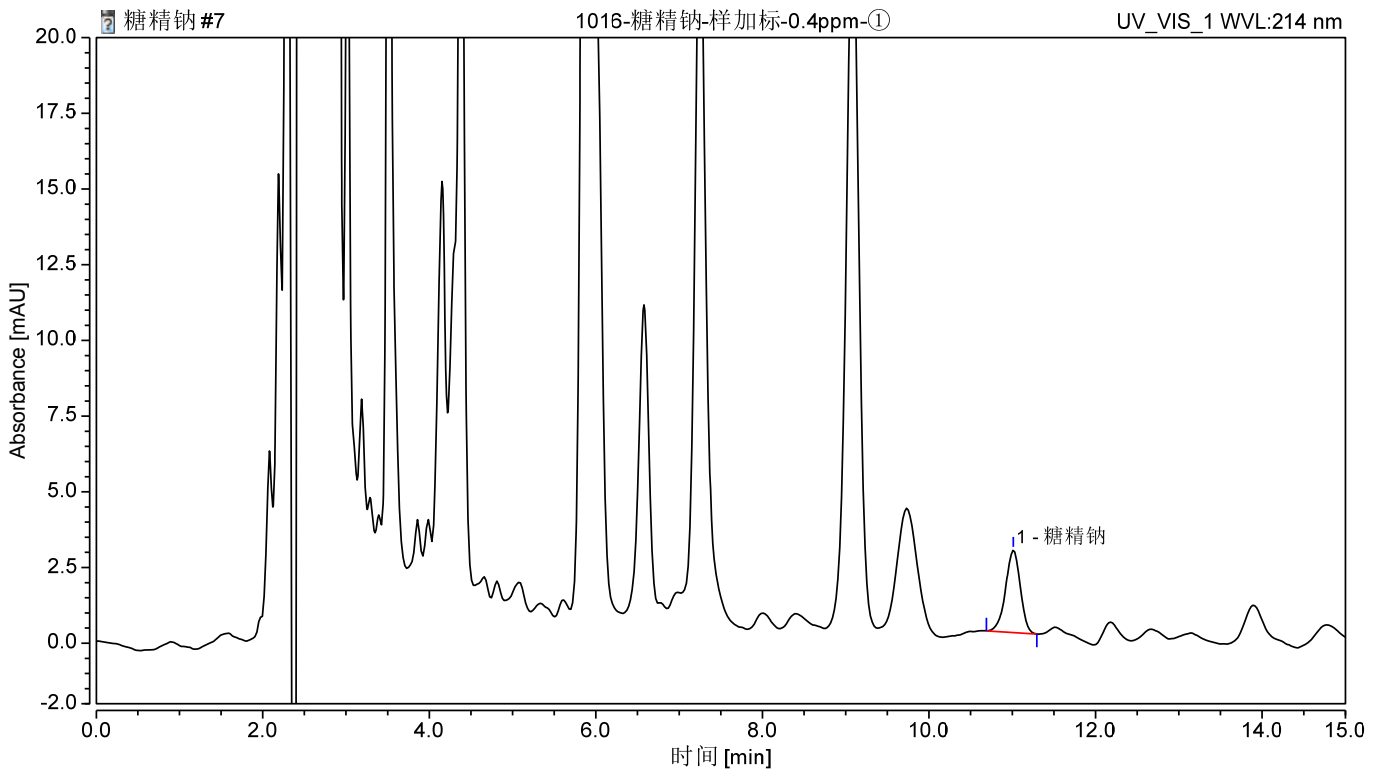


图 3 酱腌菜样品加标 5mg/kg 图谱

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

表 2：酱腌菜样品加标回收率

分类	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% N=3
糖精钠	5.0	91.63	3.47

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00504-11006	SPE 小柱	Welchrom® C18, 500mg/6ml,30pk
00000-30016	50mL 螺口尖底离心管	50 支/包
00000-30113	15mL 螺口尖底离心管	100 支/包
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2ml 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00275-31043	液相色谱柱	Ultimate® ODS-3, 4.6×250mm,5μm
00826-S127P01G	糖精钠标准品	CAS No.:82385-42-0, 1g

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com