

月旭科技酱腌菜中富马酸二甲酯的测定

1、适用范围

适用于酱腌菜中富马酸二甲酯的检测。

2、溶液的配制

- 1) 标准储备液：精确称取富马酸二甲酯 10mg，用甲醇溶解并定容到 10mL，浓度为 1000mg/L。
- 2) 标准工作液：精确移取标准储备液 1mL，用水定容至 10mL，浓度为 100mg/L。
- 3) 洗脱剂-80%甲醇水：取 80mL 甲醇用水定容至 100mL。
- 4) 四丁基溴化铵-乙酸钠混合溶液 (pH6.0)：称取 2.60g 四丁基溴化铵、2.46g 无水乙酸钠，加入 1000mL 水超声溶解，加入冰乙酸调节 pH 至 6.0。
- 5) 106g/L 亚铁氰化钾：精确称取 5.30g 的亚铁氰化钾，用水定容至 50mL。
- 6) 219g/L 乙酸锌：精确称取 10.95g 的乙酸锌，用水定容至 50mL。
- 7) 30%甲醇水：移取 30mL 甲醇用水定容至 100mL。

3、提取步骤

3.1 提取

- 1) 精密称取酱腌菜 2g，置于 50mL 离心管中，加入 10mL 甲醇，涡旋混匀，超声 10min，6000r/min 离心 10min，暂移取上清液于 1 号管。
- 2) 再加入 10mL 甲醇提取一次，涡旋混匀，超声 10min，将 1 号管上清液倒回至原离心管，并用少量水润洗，并倒入原离心管中，加入 106g/L 亚铁氰化钾 1mL 和 219g/L 乙酸锌 1mL，用水定容至 25mL，摇匀，6000r/min 离心 10min，得上清液
- 3) 移取 2) 中上清液 5mL，加入水 10mL，待净化。

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom®BRP 规格：200 mg/6mL。

活化：5 mL 甲醇、5 mL 水，弃去；

上样：待净化液全部上样，控制流速，不宜过快，弃去；

淋洗：用 30%甲醇淋洗，抽干。

洗脱：5mL80%甲醇水洗脱，抽干，收集洗脱液定容至 5mL，过 0.22 μ m 有机滤膜，供液相色谱仪测定。

5、注意事项

加标水平：在 2g 样中加入 25 μ L 100mg/L 的富马酸二甲酯标准工作液，加标水平 1.25mg/kg，机度数 0.1mg/L；在 2g 样中加入 125 μ L 100mg/L 的富马酸二甲酯标准工作液，加标水平 6.25mg/kg，机度数 0.5mg/L。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate®XB-C18 4.6 \times 250mm, 5 μ m

流动相：A-甲醇：B-四丁基溴化铵-乙酸钠混合溶液（pH=6.0）（A:B=55：45 等度）

流速：1.000mL/min

柱温：30 $^{\circ}$ C

进样量：20 μ L

检测波长：220nm

7、色谱图或者加标回收率结果

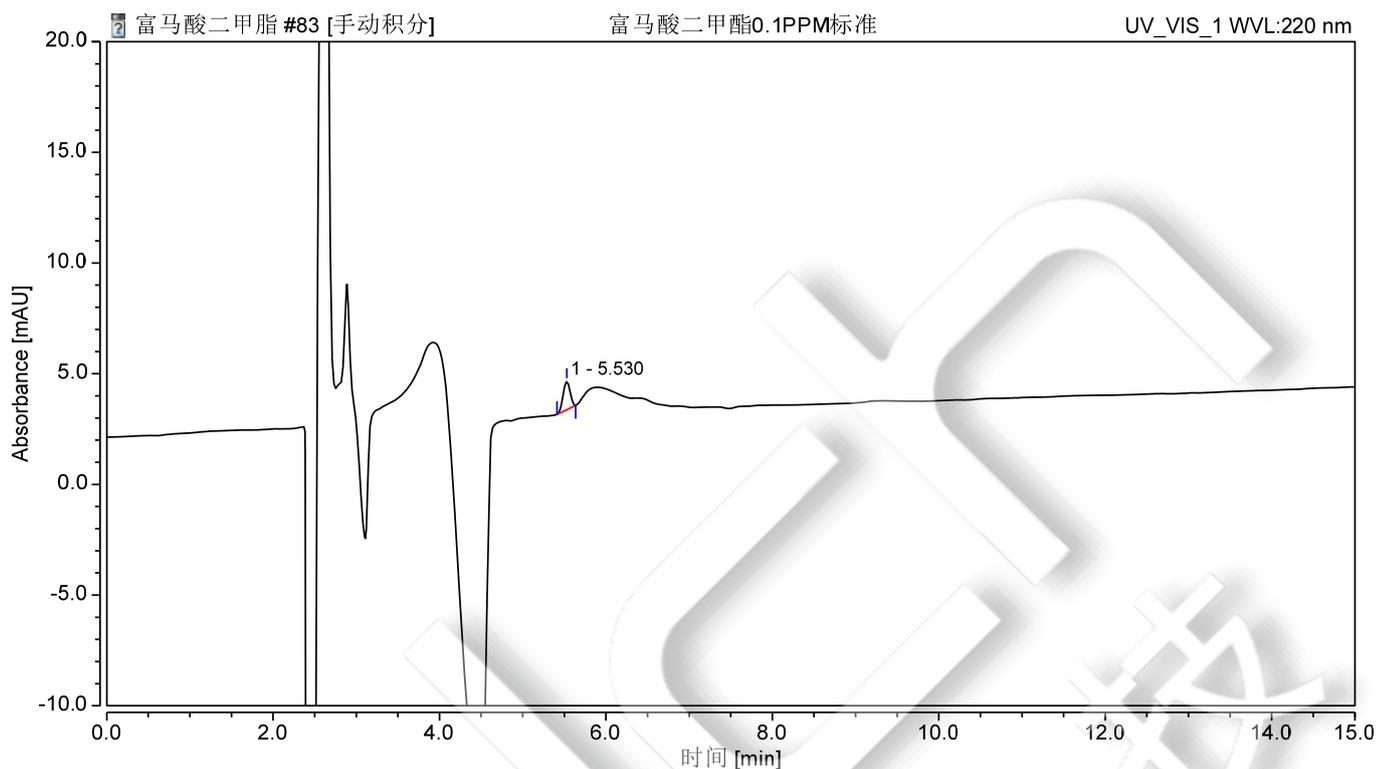


图 1.富马酸二甲酯 0.1mg/L 标准图谱

序号	峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	不对称度	分离度	塔板数
		min	mAU*min	mAU	%	(EP)	(EP)	(EP)
1	富马酸二甲酯	5.530	0.125	1.276	100.00	0.98	n. a.	18829

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

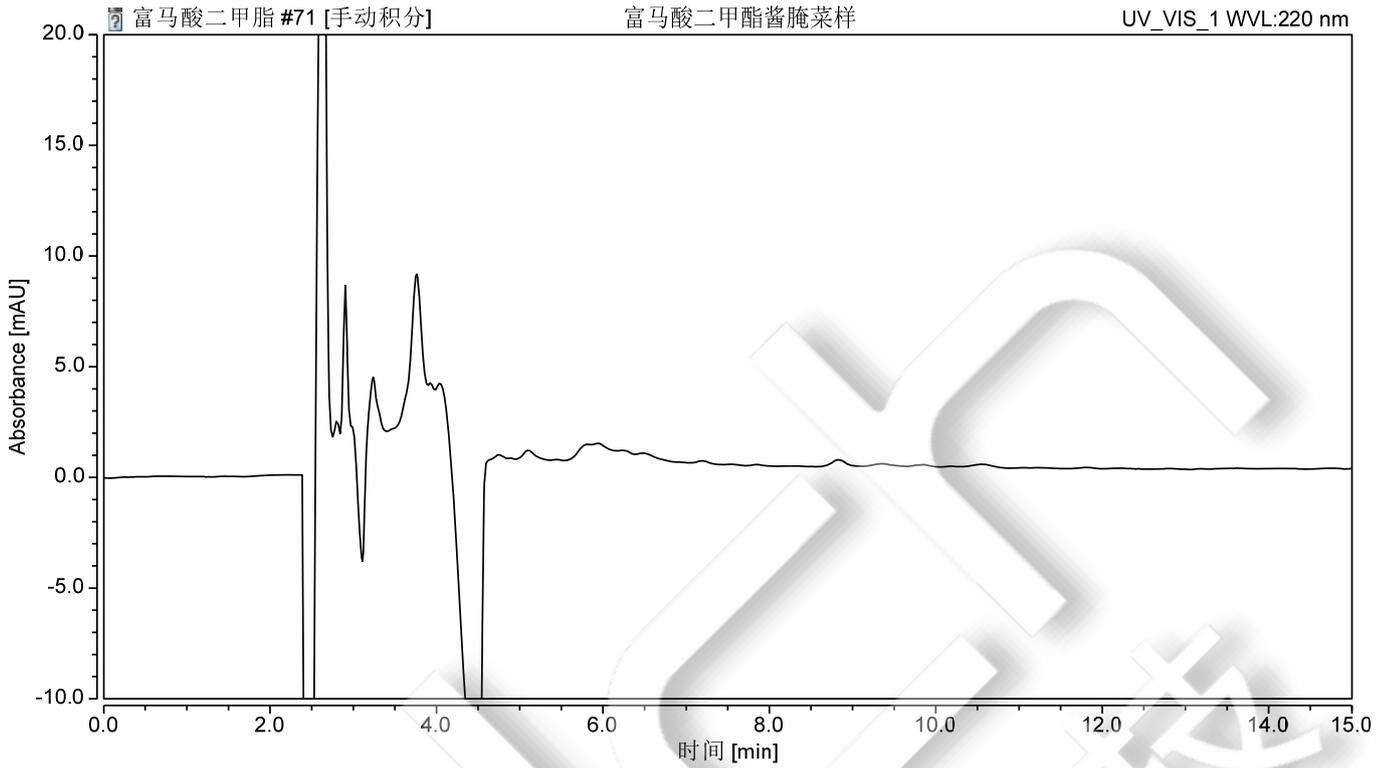


图 2. 酱腌菜样过柱图谱

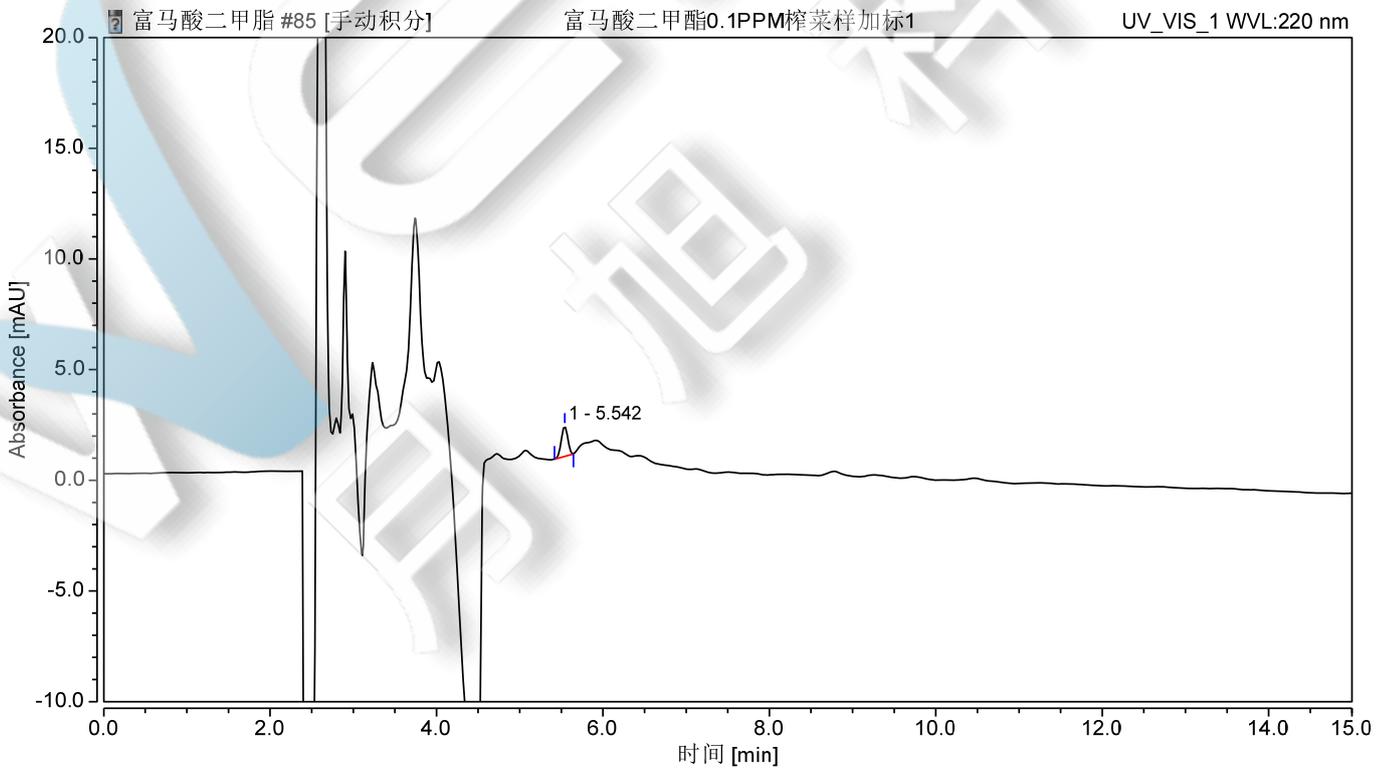


图 3. 富马酸二甲酯酱腌菜样加标 1.25mg/kg 过柱图谱

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

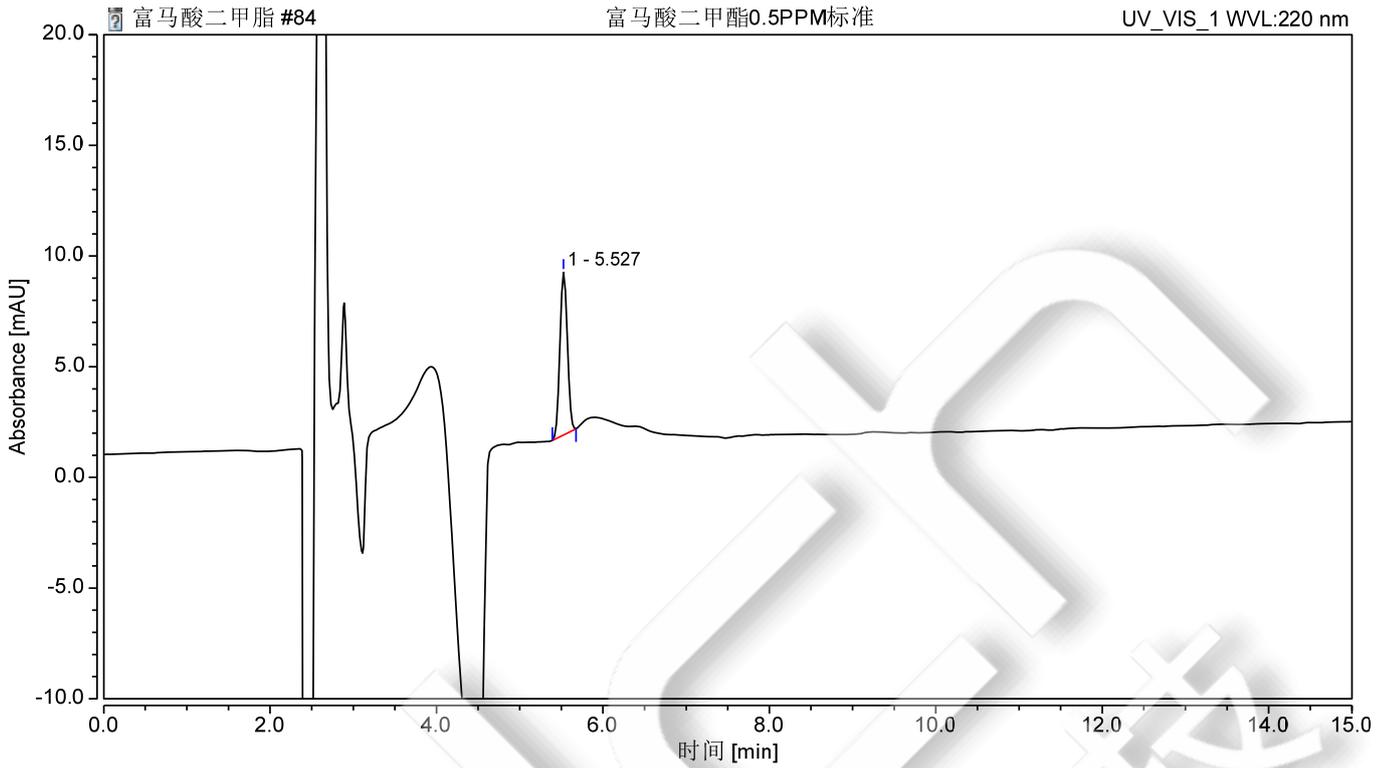


图 4.富马酸二甲酯 0.5mg/L 标准图谱

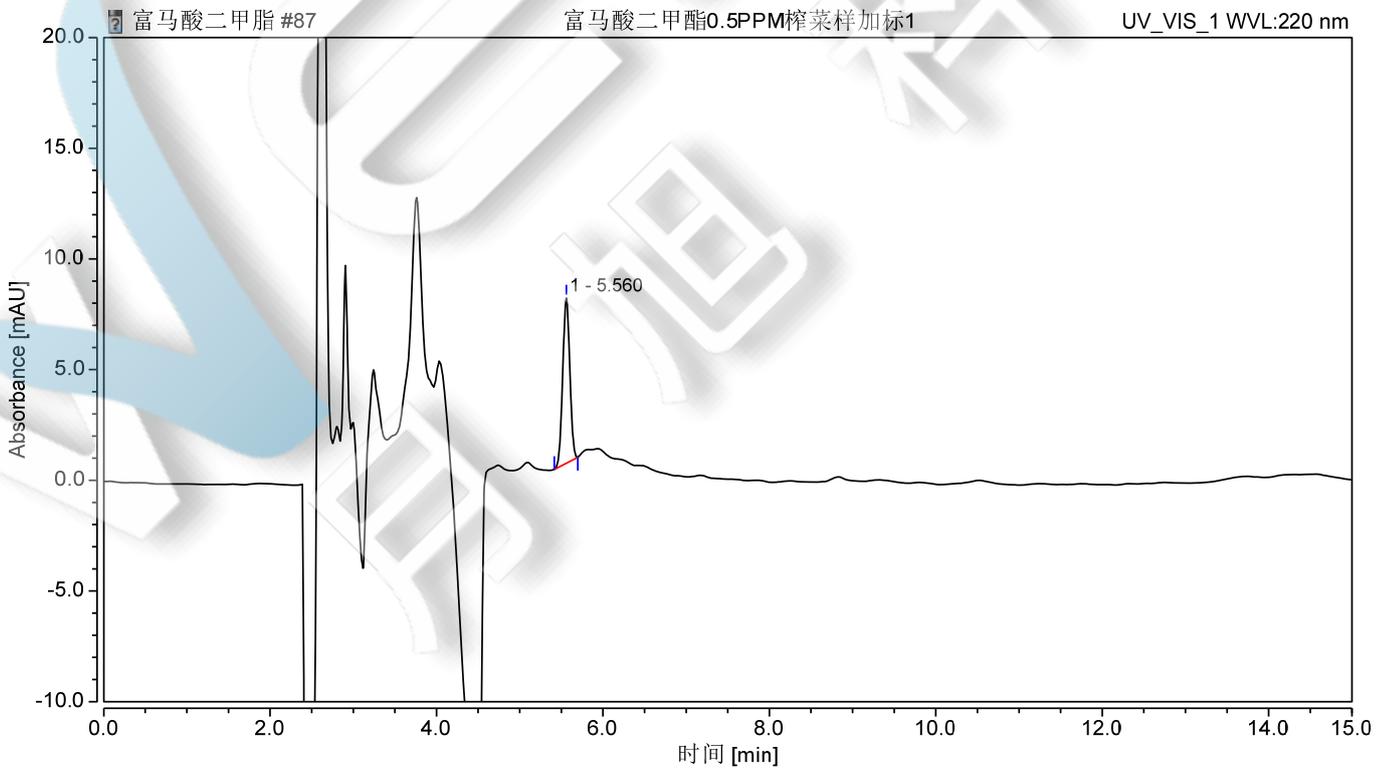


图 5. 富马酸二甲酯酱腌菜样加标 6. 25mg/kg 过柱图谱

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

表 1.富马酸二甲酯过 BRP 小柱加标回收表

	名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% (n=2)
1	富马酸二甲酯	1.25	96	2.70
2	富马酸二甲酯	6.25	95	1.58

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00522-20014	SPE 小柱	Welchrom®BRP, 200mg/6ml,30pk
00000-30016	50mL 螺口尖底离心管	50 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
00201-31043	液相色谱柱	Ultimate® XB-C18, 4.6×250mm,5μm
00826-D267P025	富马酸二甲酯	CAS 号: 624-49-7, 25mg
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com