

豆芽中 4-氯苯氧乙酸钠的测定

1、适用范围

适用于豆芽中 4-氯苯氧乙酸钠的测定（该实验选用基质为豆芽）

2、溶液的配制

- 1) 4-氯苯氧乙酸钠标准贮备液：称取 1mg 标准品，用甲醇稀释至 10mL，浓度为 100 μ g/mL，作为 4-氯苯氧乙酸钠的贮备液。
- 2) 4-氯苯氧乙酸钠标准工作液：准确移取 4-氯苯氧乙酸钠标准贮备液 1mL，用甲醇稀释至 10mL，浓度为 10 μ g/mL，作为 4-氯苯氧乙酸钠标准工作液。
- 3) 50%磷酸：50mL 磷酸与 50mL 水互溶。
- 4) 50%甲醇水：50mL 甲醇，用水定容至 100mL。
- 5) 0.01mol/L 氢氧化钠：0.2g 氢氧化钠，用水溶解并定容至 500mL
- 6) 流动相 B：0.01mol/L 磷酸二氢钠·二水：1.56g 磷酸二氢钠·二水，用水溶解并定容至 1L。
- 7) 5%甲醇水：5mL 甲醇，用水定容至 100mL。

3、提取步骤

- 1) 称取 2g 样置于 50mL 离心管中，加入 10mL 0.01mol/L 氢氧化钠，涡旋震荡 1min，使样品分散，超声 10min，离心 5min（10000r/min），移取上清液；
- 2) 再次加入 10mL 0.01mol/L 氢氧化钠，涡旋震荡 1min，使样品分散，超声 10min，离心 5min（10000r/min），移取上清液，合并上清液置于 50mL 离心管中；
- 3) 上清液再次离心 5min（10000r/min），移取上清液加入 1.2mL 50%磷酸待净化。

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：321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® BRP 规格：60mg/3mL

活化：5mL 甲醇、5mL 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：10mL5%甲醇水，弃去，抽干。

洗脱：8mL 甲醇洗脱，收集于 15mL 离心管中，抽干。

复溶：洗脱液在 40° 氮吹下吹至近干，用 50%甲醇水定容至 1mL，过 0.22μm 有机滤头，供液相检测。

5、注意事项

- 1) 加标水平：2g 样中加入 0.1mL 10μg/mL 标准工作液，定容至 1mL，因此加标水平为 0.5mg/kg，最终机度数为 1mg/L。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C18 4.6×250mm, 5μm

流动相：A-甲醇，B-0.01mol/L 磷酸二氢钠·二水（梯度）

流速：1.0mL/min

柱温：25℃

进样量：20μL

检测波长：226nm

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

| 时间 | %A | %B |
|--------|-------|------|
| 0.000 | 45.0 | 55.0 |
| 10.000 | 45.0 | 55.0 |
| 10.100 | 100.0 | 0.0 |
| 20.000 | 100.0 | 0.0 |
| 20.100 | 45.0 | 55.0 |
| 30.000 | 45.0 | 55.0 |

7、色谱图或者加标回收率结果

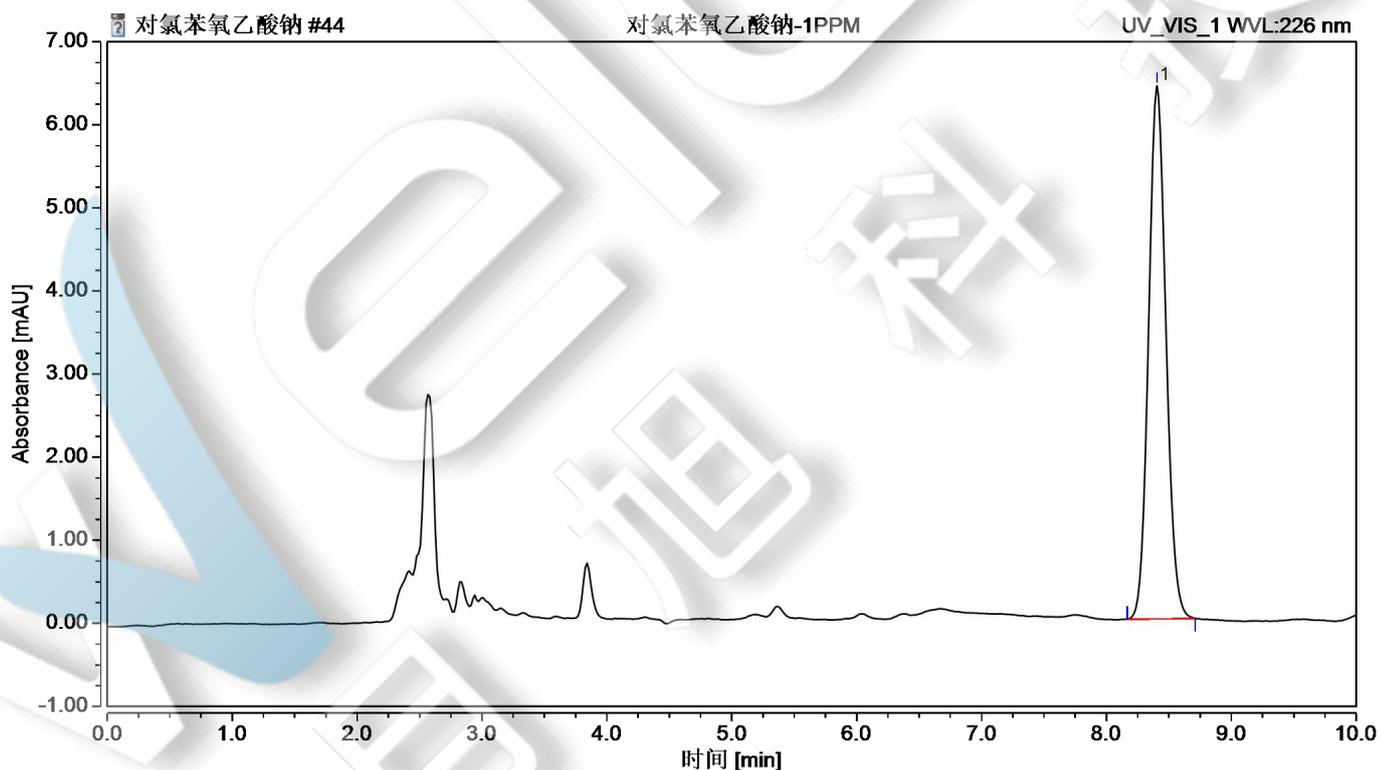


图 1. 4-氯苯氧乙酸钠 1mg/L 图谱

| 峰名称 | 保留时间 | 峰面积 | 峰高 | 相对峰面积 | 拖尾因子 | 分离度 | 塔板数 |
|----------|-------|---------|-------|--------|------|------|-------|
| | min | mAU*min | mAU | % | | (EP) | (EP) |
| 4-氯苯氧乙酸钠 | 8.405 | 1.034 | 6.415 | 100.00 | 1.15 | n.a. | 17623 |

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

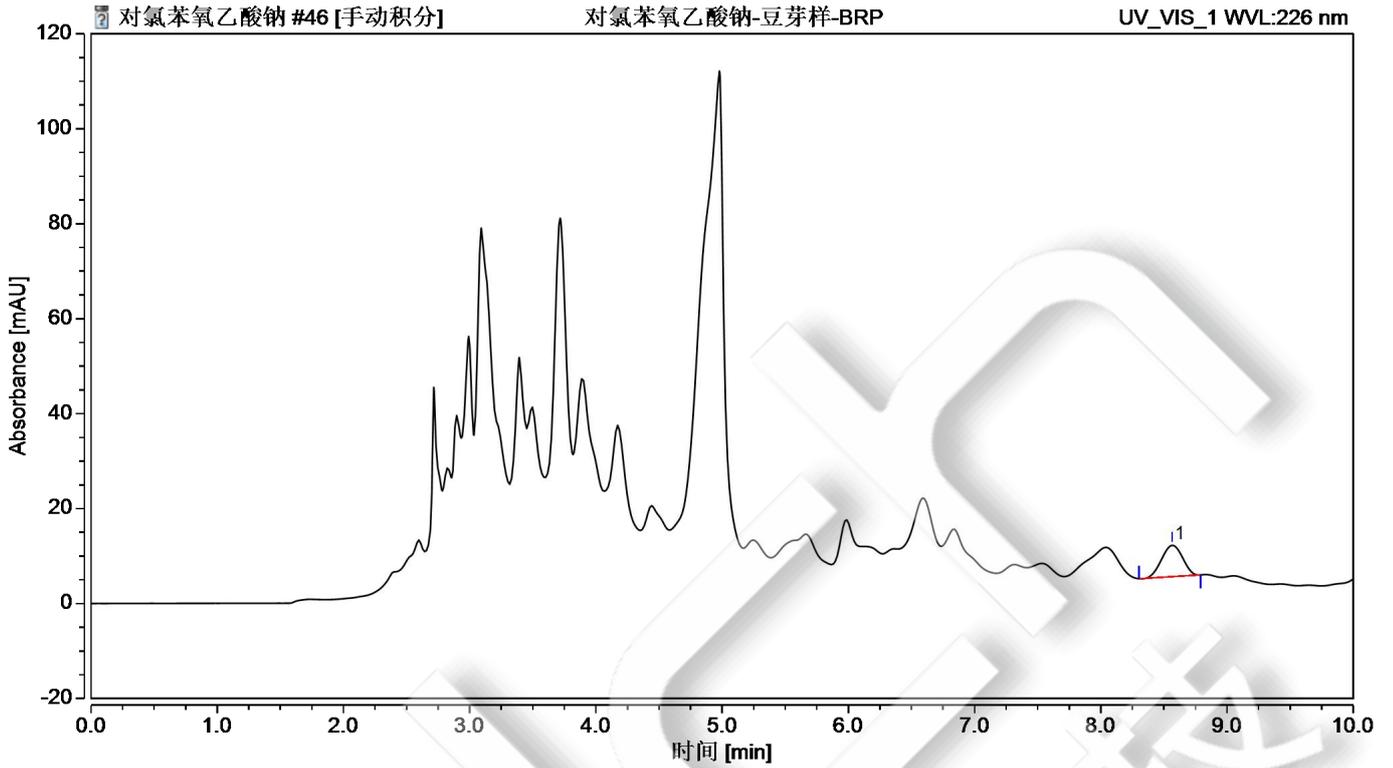


图 2. 豆芽样空白过柱图谱

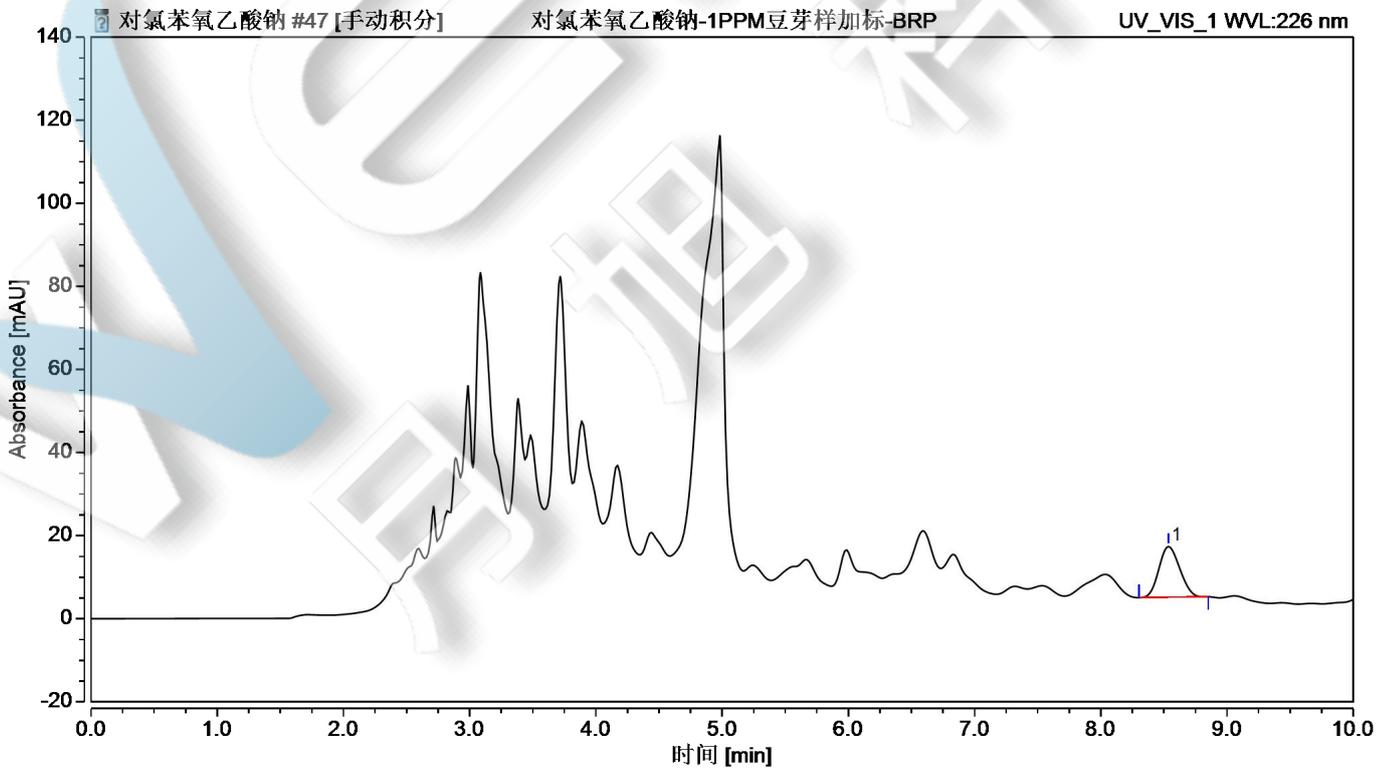


图 3. 豆芽样加标 0.5mg/kg 图谱

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 1.加标回收率表

| 名称 | 加标水平 mg/kg | 平均回收率% | RSD% (n=2) |
|----------|---------------|--------|---------------|
| 4-氯苯氧乙酸钠 | 0.5 | 105 | 3.77 |

8、相关产品信息

| 货号 | 名称 | 规格 |
|-------------|--------------|---|
| 00522-20009 | SPE 小柱 | Welchrom® BRP,60mg/3ml,50pk |
| 00000-30016 | 50mL 螺口尖底离心管 | 50 支/包 |
| 00000-30013 | 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 |
| 00201-31043 | 液相色谱柱 | Ultimate®XB-C18,4.6×250mm, 5μm |
| 00802-02201 | 针头式过滤器 | 进口 NY,13mm*0.22μm,100pk |
| | 4-氯苯氧乙酸钠标准品 | CAS:13730-98-8 |

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