

酱腌菜中纽甜的测定

1、适用范围

适用于食品中纽甜含量的检测。(本实验的样品为酱腌菜)

2、溶液的配制

纽甜标准储备液 (1mg/mL): 称取纽甜标准品 100mg, 置于 100ml 容量瓶中, 用混合提取液定容至刻度。

纽甜标准工作液 (20 μ g/mL): 量取 1mg/mL 纽甜标准储备液 1.0mL 至 50mL 容量瓶中, 用混合提取液稀释至刻度。

混合提取液: 分别吸取 0.8ml 甲酸和 2.5ml 三乙胺, 加水定容至 1000ml。

离子对试剂缓冲液: 称取 2.00g 辛烷磺酸钠, 用 500ml 水溶解, 加入 1.0ml 磷酸, 加水定容至 1000ml。

3、提取步骤

称取 1g 样品于 50ml 离心管中, 加入 15ml 混合提取液, 涡旋混匀 5min, 超声 30min, 用混合提取液定容至刻度。若溶液浑浊, 8000r/min 离心 10min, 吸取 10ml 上清液待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱: 月旭 Welchrom® BRP 规格: 200mg/6mL。

活化: 5mL 甲醇, 10mL 水, 弃去

上样: 10ml 待净化液全部上样, 弃去

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

淋洗：5mL 混合提取液，弃去，抽干

洗脱：5mL 甲醇，收集于 15ml 离心管中，抽干

40℃氮吹至近干，用混合提取液定容至 2ml，经滤膜过滤后，上 HPLC 检测。

5、注意事项

- 1) 上样速度不能过快，保持在 1ml/min；
- 2) 加标过程：1g 样品中，加入 20 μg/mL 标准使用液 200 μL，其加标水平即为 4mg/kg。其中机度数为 1mg/L。
- 3) 加标量需要根据前处理过程中，试样的最终定容体积来确定，此处定容体积为 20ml。
- 4) 流动相：乙腈/离子对试剂（4/6）需预先混合为一相，供上机测定。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Xtimate®C18（4.6 x 250 mm, 5 μm）

流动相：离子对试剂缓冲溶液/乙腈（60/40）

流速：1.0mL/min

柱温：30℃

进样量：20μL

检测波长：218nm；

7、色谱图及加标回收率结果

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

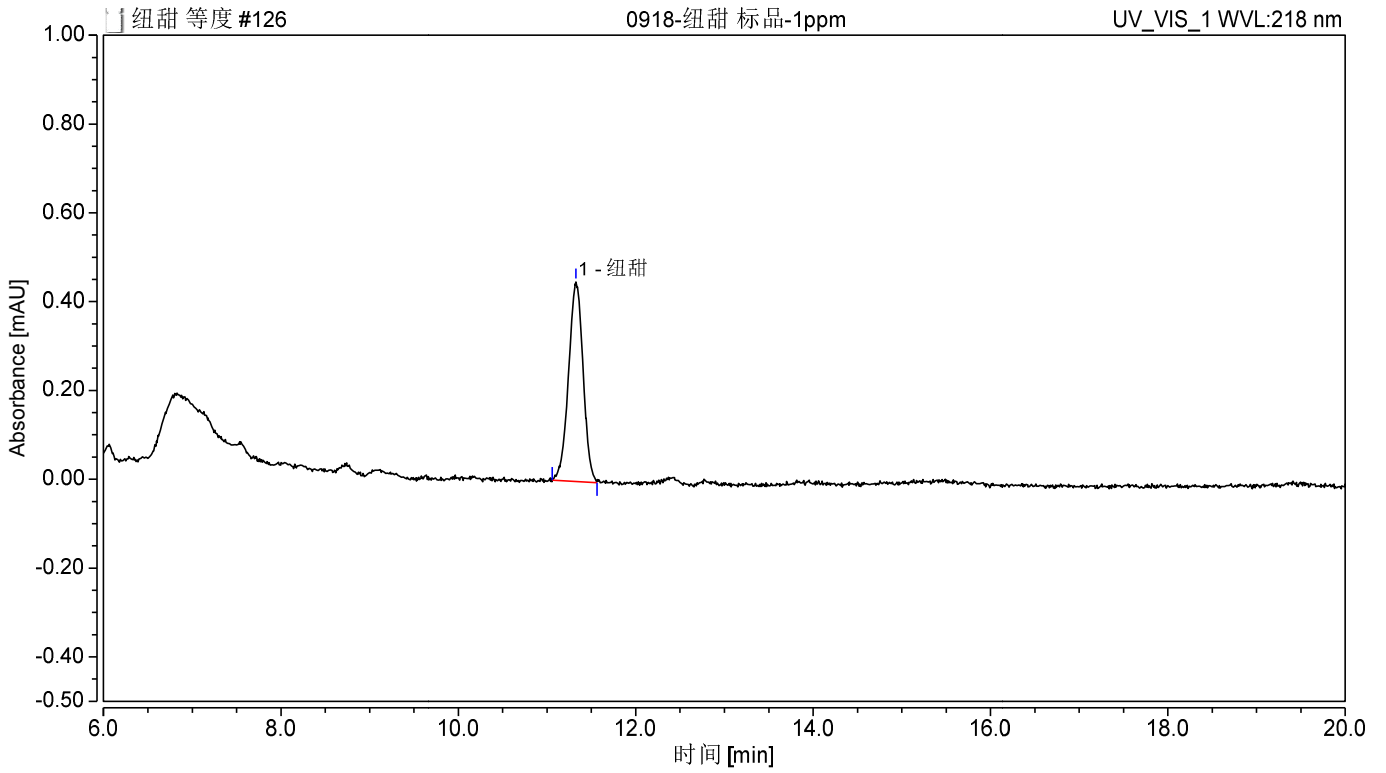


图 1. 纽甜标准品 1.0mg/L 谱图

表 2：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	纽甜	11.327	0.085	0.450	100	n. a.	0.96	23026

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

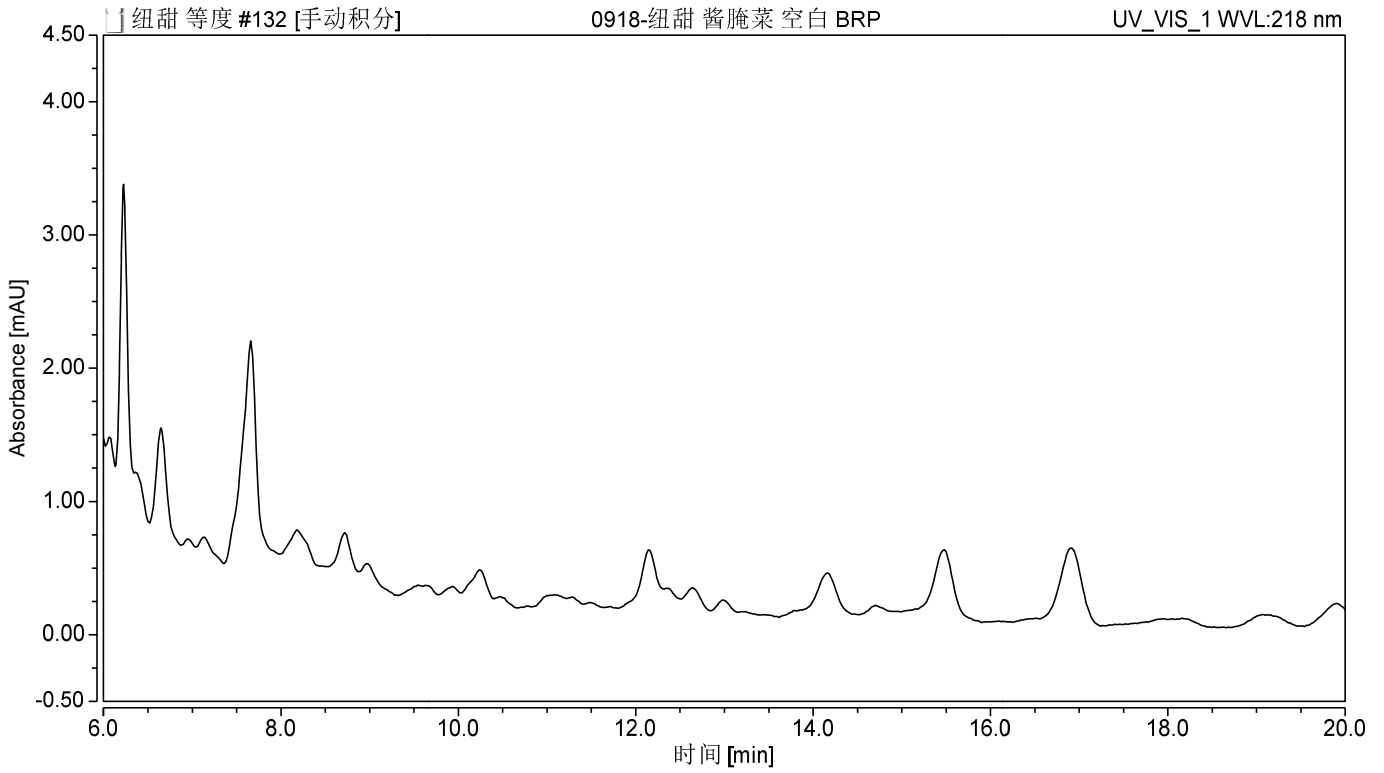


图 2. 酱腌菜样品空白谱图

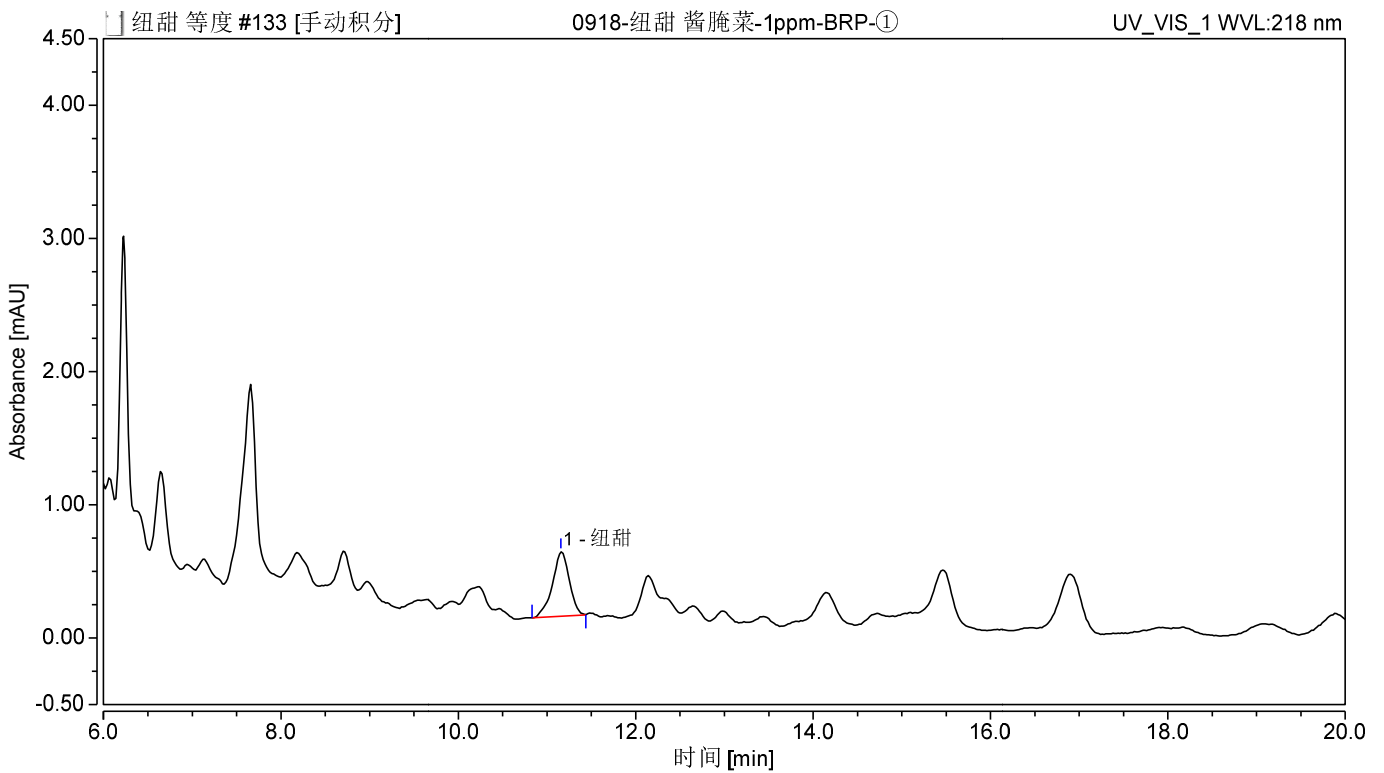


图 3. 酱腌菜样品加标 4mg/kg 谱图

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：酱腌菜样品加标回收率

SPE 柱	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% N=3	RT min
BRP	4.0	99.8	2.87	30

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00522-20014	Welchrom® BRP	200mg/6ml,30pK
	50mL 螺口尖底离心管	50 支/包
	15mL 螺口尖底离心管	50 支/包
00802-02201	有机微孔滤膜	0.45µm
	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
	样品瓶套装	2ml 透明短螺纹广口样品瓶（带手写处），预切口白色特氟龙/红色硅胶隔垫，9mm 蓝色短螺纹开口盖中心孔 6mm 100pk
00101-21043	Xtimate®C18	（4.6 x 250 mm, 5 µm）
	纽甜	165450-17-9

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