

月旭科技可乐中乙二胺四乙酸二钠的测定

1、适用范围

适用于可乐中乙二胺四乙酸二钠的检测。

2、溶液的配制

- 1) 标准储备液: 精确称取乙二胺四乙酸二钠 100mg, 用水溶解并定容到 100mL, 浓度为 1000mg/L。
- 2) 三氯化铁溶液: 称取 0.54g 三氯化铁, 溶于 90mL 水中, 加入 0.1mL 盐酸, 转移到 100mL 容量瓶中, 用水定容至刻度线, 混匀。
- 3) 洗脱剂-5%甲酸甲醇水: 取 5mL 甲酸、20mL 甲醇用水定容至 100mL。
- 4) 四丁基溴化铵-乙酸钠混合溶液 (pH4.0): 称取 6.45g 四丁基溴化铵、2.46g 乙酸钠, 加入 1000mL 水超声溶解, 加入磷酸调节 pH 至 4.0。

3、提取步骤

3.1 提取

精密称取可乐 5g, 置于 50mL 比色管中, 加入 25mL 水, 涡旋混匀, 超声提取 20min 后, 加水定容至 50mL。吸取 5mL 上清液于 15mL 离心管中, 待络合。

3.2 络合

向上述提取液中加入 0.5mL 三氯化铁溶液, 涡旋混匀 1min, 超声 20min, 7500r/min 离心 5min, 待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱: 月旭 Welchrom®SAX 规格: 150 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：依次用 5mL 水，5mL 甲醇淋洗，抽干。

洗脱：5mL5%甲酸甲醇水洗脱，抽干，收集洗脱液定容至 5mL，过 0.22 μ m 滤膜，供液相色谱仪测定。

5、注意事项

1) 加标水平：在 5g 样中加入 50 μ L 1000mg/L 的乙二胺四乙酸钠标准储备液，加标水平 10mg/kg。

机度数 1mg/L。

2) 标准品配置：吸取 50 μ L 浓度为 1mg/mL 的乙二胺四乙酸钠标准储备液于 50mL 的比色管中，加入 25mL 洗脱剂和 1.0mL 三氯化铁溶液，涡旋混匀 1min，超声 20min，冷却至室温，用洗脱剂定容至刻度线，即 1.0 μ g/mL。（根据国标要求是用水，这里用洗脱剂代替，因为用水来配制标准品，液相出峰时间与样品过柱后的出峰时间不一致）

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=4.0）（A:B=15: 85 等度）

流速：0.800mL/min

柱温：30 $^{\circ}$ C

进样量：20 μ L

检测波长：254nm

7、色谱图或者加标回收率结果

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

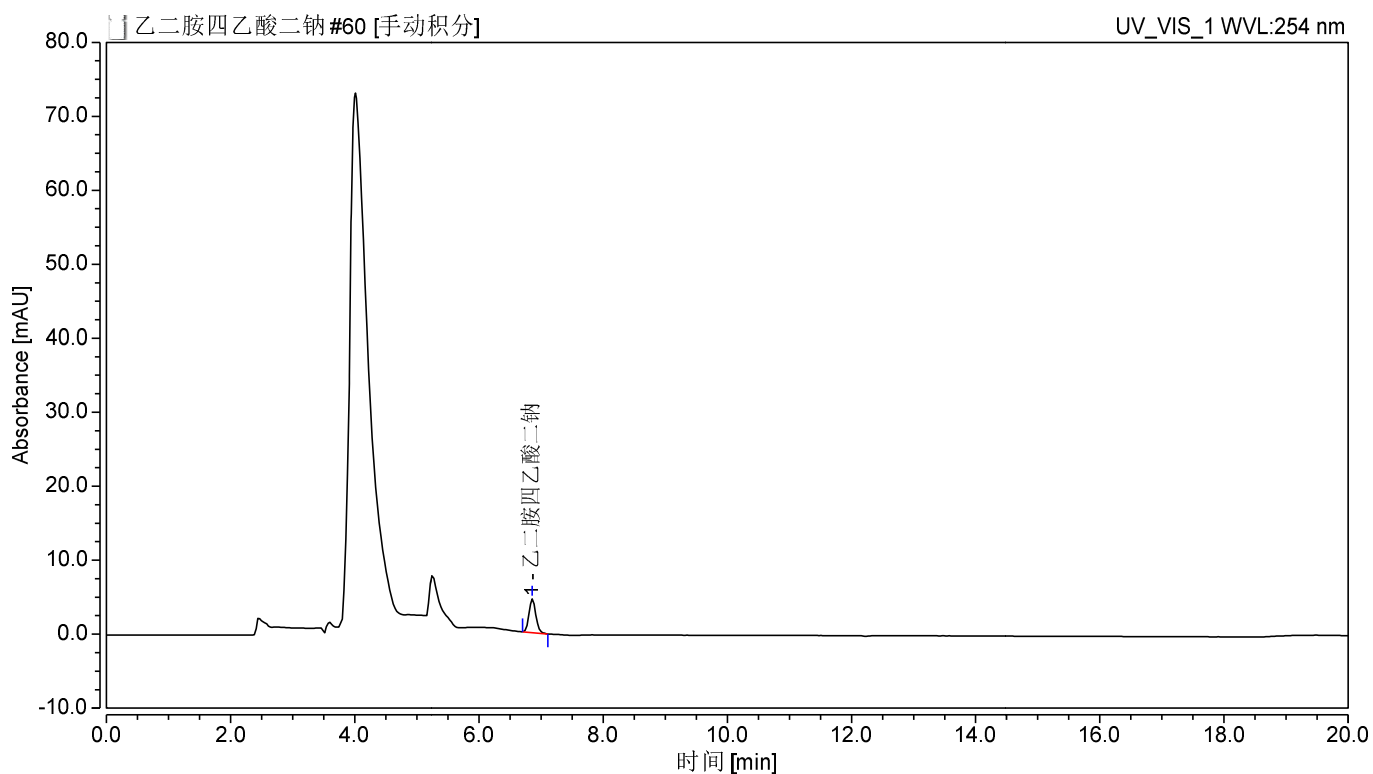


图 1.乙二胺四乙酸二钠络合物 1mg/L 标准图谱

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	乙二胺四乙酸二钠 络合物	6.858	0.584	4.561	100.00	1.13	n.a.	18842

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

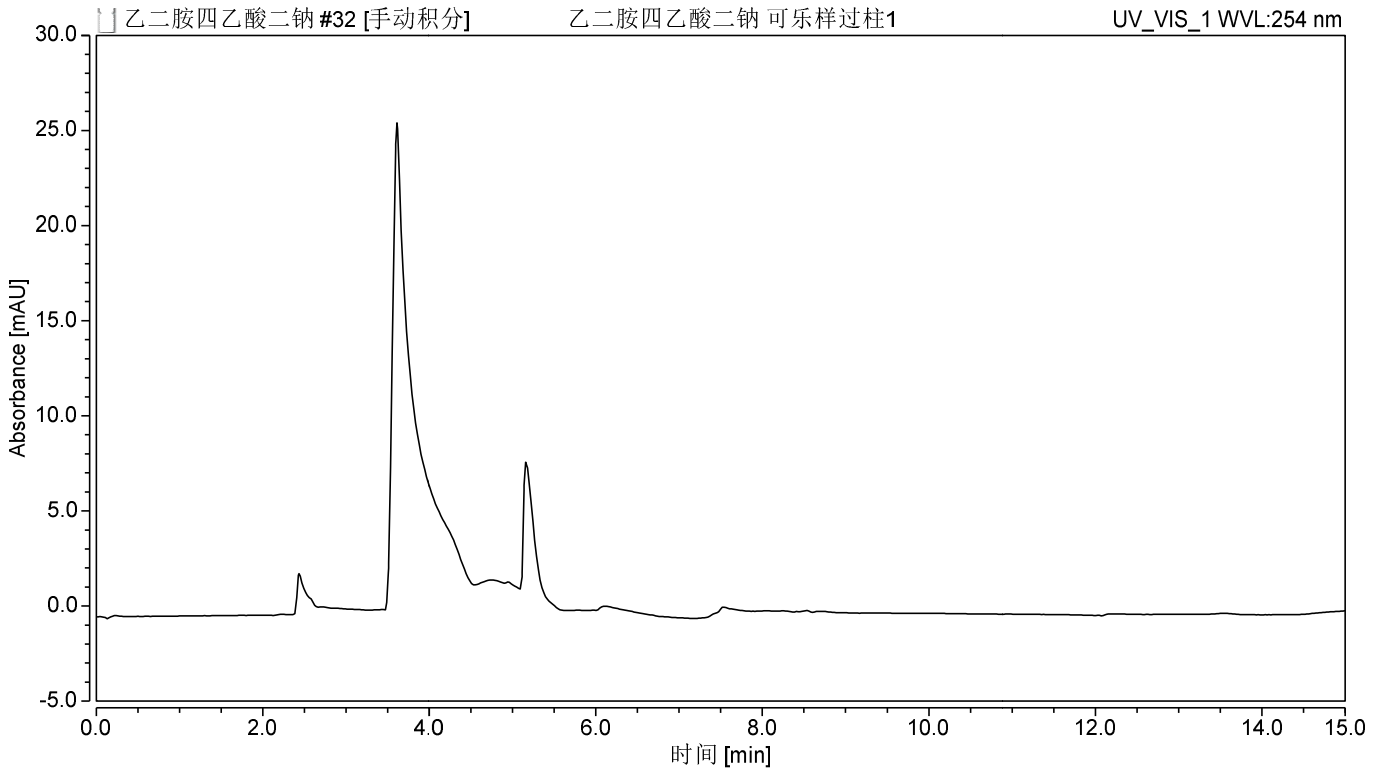


图 2. 可乐样过柱图谱

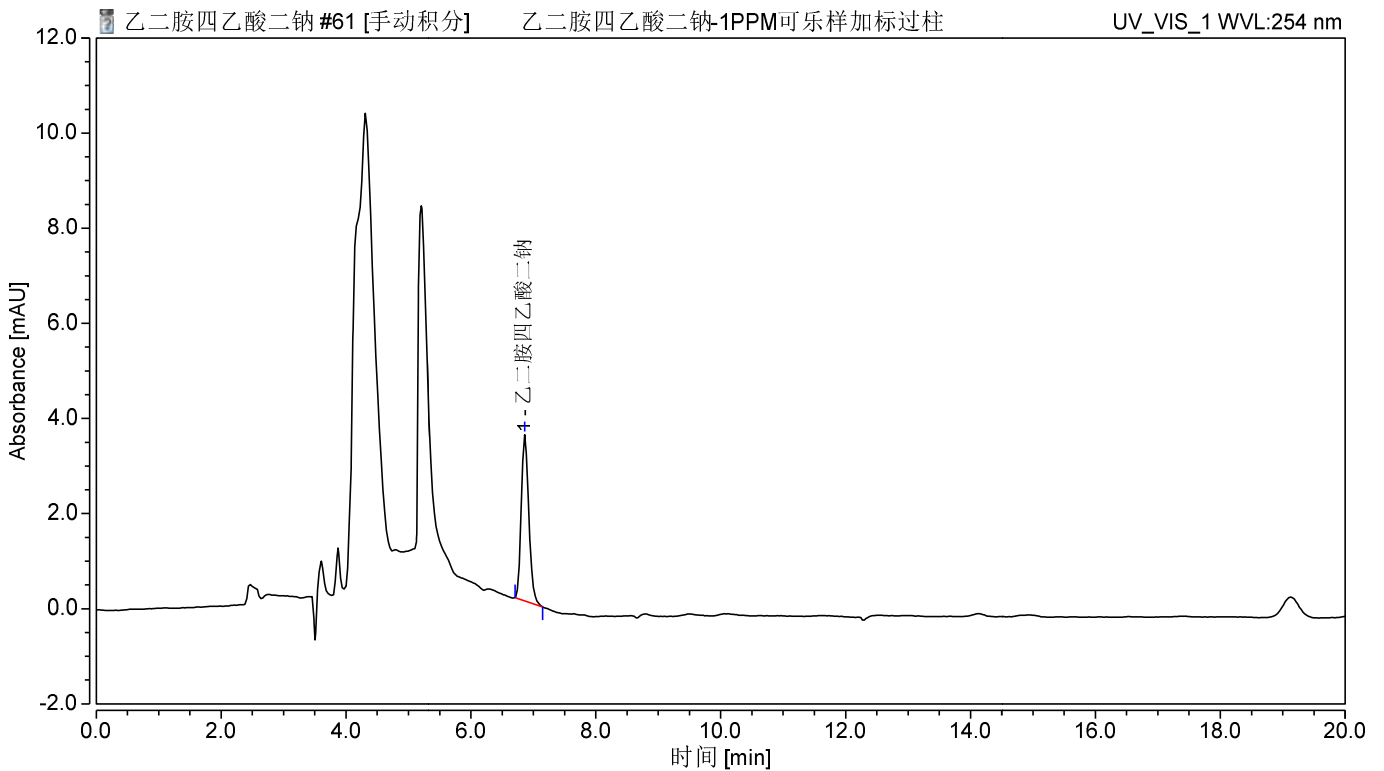


图 3. 乙二胺四乙酸二钠络合物可乐样加标 10mg/kg 过柱图谱

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. 乙二胺四乙酸二钠络合物过 SAX 小柱加标回收表

	名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% (n=2)
1	乙二胺四乙酸二钠 络合物	10	85	3.30

8、相关产品信息

货号	名称	规格
待建货号	Welchrom® SAX	150mg/6ml, 30pk
	50mL 螺口尖底离心管	
	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	Ultimate® XB-C18	4.6×250mm, 5μm
	乙二胺四乙酸二钠	6381-92-6
00802-02201	Nylon 滤膜	0.22μm

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