

发酵乳中三氯蔗糖检测的固相萃取方法 (Copure® C18)

《GB 22255-2014 食品安全国家标准 食品中三氯蔗糖 (蔗糖素) 的测定》

一、样品提取

准确称取 4.0 g 试样于 50 mL 离心管中, 加 220 g/L 乙酸锌和 106 g/L 亚铁氰化钾溶液各 200 μ L, 摇匀, 加水 10 mL 振摇 30 min, 离心, 取出上清液于另一 50 mL 离心管中, 再加水 10 mL 按上述步骤重复提取一次, 合并两次上清液, 用水定容至 20 mL, 待净化。

二、SPE 柱净化 (Copure® C18, 500 mg/6 mL)

活化: 分别用 5 mL 甲醇, 5 mL 水活化柱子。

上样和洗脱: 吸取 10 mL 上清液上柱, 用 5 mL 水淋洗, 抽干小柱, 再用 4 mL 甲醇洗脱, 收集流出液 (整个上样、洗脱过程控制流速在 1 mL/min 内)

重新溶解: 洗脱液于 40°C 氮吹至近干, 用水定容至 1 mL, 过 0.45 μ m 滤膜上机。

三、仪器条件

仪器: Agilent Technologies 1290

色谱柱: Agilent 5 TC-C18 (4.6 mm \times 250 mm, 5 μ m)

检测器: Agilent Technologies ELSD

流动相: A: 水

B: 乙腈

表 1 流动相梯度洗脱程序

时间	A	B
--	70.0	30.0
4.0	70.0	30.0
6.0	60.0	40.0
12.0	60.0	40.0
14.0	70.0	30.0

流速: 0.5 mL/min

进样体积: 20 μ L

四、实验结果

表 2 添加水平为 12.5 mg/kg 发酵乳中三氯蔗糖的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
三氯蔗糖	99.2	98.4	98.8	98.8	0.4

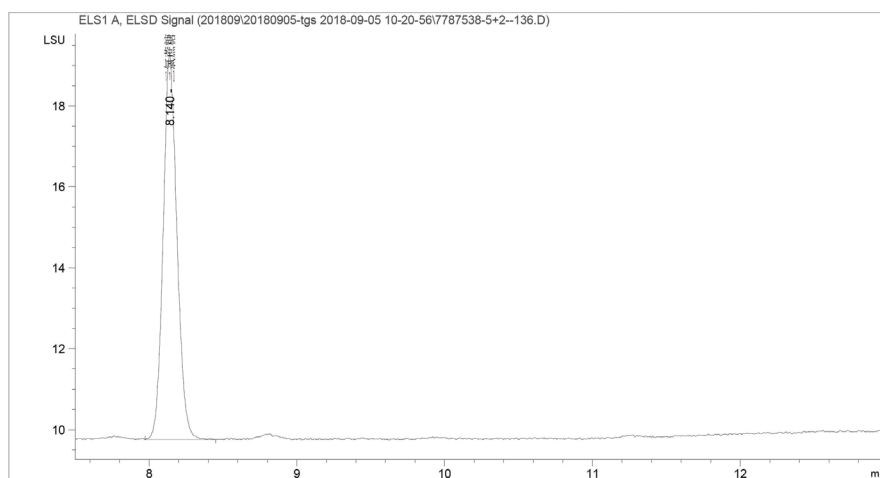


图 1 添加水平为 12.5 mg/kg 发酵乳中三氯蔗糖的检测色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COC186500	Copure® C18 固相萃取柱, 500 mg/6 mL	30 支 / 盒
SF130-45-PTFE-HL	聚四氟乙烯针式过滤器, Φ 13 mm/0.45 μ m/ 水系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/ Φ 47 mm/0.45 μ m/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/ Φ 47 mm/0.45 μ m/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置, 玻璃缸体	1 个 / 盒