

牛奶中三聚氰胺检测的固相萃取方法 (Copure® MCX)

《GB/T 22388-2008 原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法》

一、样品提取

称取 2.0 g 牛奶 (精确至 0.01 g) 于 50 mL 离心管中, 加入 15 mL 1% 三氯乙酸溶液和 5 mL 乙腈, 超声提取 10 min, 再振荡提取 10 min, 4000 r/min 离心 10 min。上清液经三氯乙酸溶液润湿的滤纸过滤后, 用三氯乙酸溶液定容至 25 mL, 移取 5 mL 滤液, 加入 5 mL 水混匀后做待净化液。

二、SPE 柱净化 (Copure® MCX, 60 mg/3 mL)

活化: 使用前依次用 3 mL 甲醇、5 mL 水活化柱子。

上样和洗脱: 将待净化液转移至固相萃取柱中。依次用 3 mL 水、3 mL 甲醇洗涤, 抽至近干后, 用 6 mL 5% 氯化甲醇溶液洗脱。整个固相萃取过程流速不超过 1 mL/min。

重新溶解: 洗脱液于 50°C 下用氮气吹干, 残留物用 1 mL 流动相定容, 涡旋混合 1 min, 过微孔滤膜后, 供 HPLC 测定。

三、仪器条件

设备: Waters Alliance 2695

色谱柱: XB-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)

检测器: Waters 2487 紫外检测器

检测波长: 240 nm

流动相: A: 离子对试剂缓冲液 (准确称取 2.10 g 柠檬酸和 2.16 g 辛烷磺酸钠, 加入约 980 mL 水溶解, 调节 PH 至 3.0 后, 定容至 1 L 备用)

B: 乙腈。

洗脱方式: 等度洗脱, A: B=80: 20

柱温: 室温

进样体积: 20 μL

流速: 1 mL/min

四、实验结果

表 1 2.5 mg/kg 牛奶基质中三聚氰胺的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
三聚氰胺	97.3	102.8	98.0	99.4	3.0

表 2 W 品牌 MCX 柱, 2.5 mg/kg 牛奶基质中三聚氰胺的添加回收结果

名称	回收率 (%)		平均回收率 (%)
	1	2	
三聚氰胺	72.0	80.2	76.1

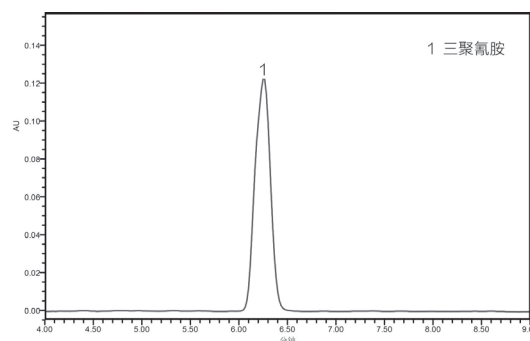


图 1 添加水平为 2.5 mg/kg 牛奶中三聚氰胺的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COMCX360	Copure® MCX 固相萃取柱, 60 mg/3 mL	50 支 / 盒
SF130-45-PTFE	PTFE/Φ13 mm/0.45 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 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
SC2-1	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