

粗粮中乙二胺四乙酸二钠含量的测定 (Copure® MAX 固相萃取柱)

《GB 5009.278-2016 食品安全国家标准 食品中乙二胺四乙酸盐的测定》

乙二胺四乙酸二钠属于食品添加剂的一种，其作为稳定剂、凝固剂、抗氧化剂、防腐剂，可在特定类别的食品中使用。我国食品安全标准中规定了乙二胺四乙酸二钠作为食品中添加剂的使用规则、允许使用的食品种类和允许使用量的范围及残留量，但粮食中不允许添加乙二胺四乙酸二钠。

逗点生物针对粗粮中杂质较多、净化困难等特点，建立固相萃取 - 高效液相色谱法测定乙二胺四乙酸二钠的含量，样品经阴离子固相萃取柱净化后，对复杂基质具有较好的适用性。经测定，样本加标回收率在 100-110% 之间，RSD 值小于 5%，满足测试要求。

一、样本前处理

1.1 提取

粗粮粉碎后，称取 5.00 g (精确到 0.01 g) 到 50 mL 离心管，加入 25 mL 一级水，涡旋混匀，超声提取 20 min，8000 r/min 下离心 5 min，转移上清液。剩余残渣重提取一次，合并两次上清液，混匀待净化。

1.2 净化 (Copure® MAX 固相萃取柱, 150 mg/6 mL)

依次使用 5.0 mL 甲醇和水活化平衡 MAX 小柱 (COMAX6150)，取 5.0 mL 待净化液全部过柱。然后依次加入 5.0 mL 水和 5.0 mL 甲醇淋洗小柱，弃去全部流出液，压干。用 4.5 mL 5% 甲酸甲醇水溶液 (甲酸: 甲醇: 水 = 5:20:75) 进行洗脱，收集洗脱液，压干小柱。

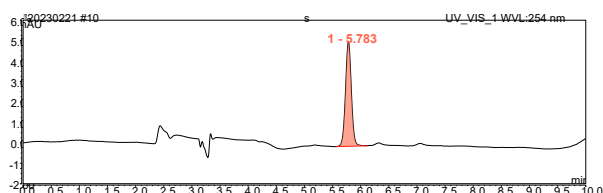


图 1 乙二胺四乙酸二钠校正点的液相色谱图 (浓度 2.0 mg/L)

1.3 络合

洗脱液中加入 0.5 mL 三氯化铁溶液，涡旋混匀，超声 20 min。定容至 5.00 mL，过滤，供液相色谱测试。

三氯化铁溶液配制：称取 0.54 g 三氯化铁，加入 0.1 mL 盐酸，用水定容到 100 mL。

1.4 过程空白实验

不称取试样，按上述步骤进行实验。

二、仪器条件

设备：Thermo Scientific UltiMate 3000

色谱柱：CommaSil® AQ-C18 5um 4.6*250mm

检测器：紫外检测器 (检测波长 254 nm)

流动相：A: 甲醇 B: 四丁基溴化铵 - 乙酸钠混合溶液 (pH=4.0)

洗脱方式：等度洗脱 (A: B=15: 85)

流速：0.8 mL/min

柱温：35°C

进样体积：10 µL

三、实验测试结果

表 1 粗粮中乙二胺四乙酸二钠加标回收实验结果

检测项目	加标浓度 (mg/kg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
乙二胺四乙酸二钠	20.0	108	109	2.21
		110		
		108		

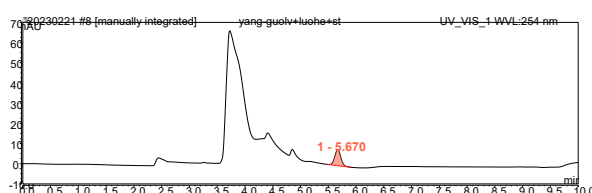


图 2 玉米粉中乙二胺四乙酸二钠加标液相色谱图 (加标浓度 20 mg/kg)

订购信息

货号	描述	包装
COMAX6150	Copure® MAX 固相萃取柱, 150 mg/6 mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
MF047-22-MCE	MCE, 孔径 0.22 µm, 水系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE/ 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒