

月旭科技食品中乙二胺四乙酸二钠的测定

1、适用范围

适用于酱腌菜、八宝粥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

酱腌菜

- 1) 精密称取酱腌菜 5g, 置于 50mL 离心管中, 加入 20mL 水, 涡旋混匀, 超声提取 20min 后, 7500r/min 离心 5min, 取上清液置于 50mL 的比色管中。
- 2) 再次加入 15mL 水, 涡旋混匀, 超声提取 20min 后, 7500r/min 离心 5min, 取上清液置于 50mL 的比色管中。
- 3) 重复 2) 的过程, 合并上清液, 加水定容至 50mL。吸取 5mL 上清液于 15mL 离心管中, 待络合。

八宝粥

1) 精密称取八宝粥 1g, 置于 50mL 离心管中, 加入 20mL 水, 涡旋混匀, 超声提取 20min 后, 7500r/min 离心 5min, 取上清液置于 50mL 的比色管中。

2) 再次加入 15mL 水, 涡旋混匀, 超声提取 20min 后, 7500r/min 离心 5min, 取上清液置于 50mL 的比色管中。

3) 重复 2) 的过程, 合并上清液, 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: 5mL 5% 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: 酱腌菜和八宝粥内都含有一定量的乙二胺四乙酸钠

酱腌菜: 在 5g 样中加入 500 μ L 1000mg/L 的乙二胺四乙酸钠标准储备液, 加标水平 100mg/kg。机
度数 10mg/L。

八宝粥: 在 1g 样中加入 150 μ L 1000mg/L 的乙二胺四乙酸钠标准储备液, 加标水平 150mg/kg。机

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: 321000 E-mail: lingyuyu@welchmat.com

度数 3mg/L。

2) 标准品配置: 吸取 500 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 10.0 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

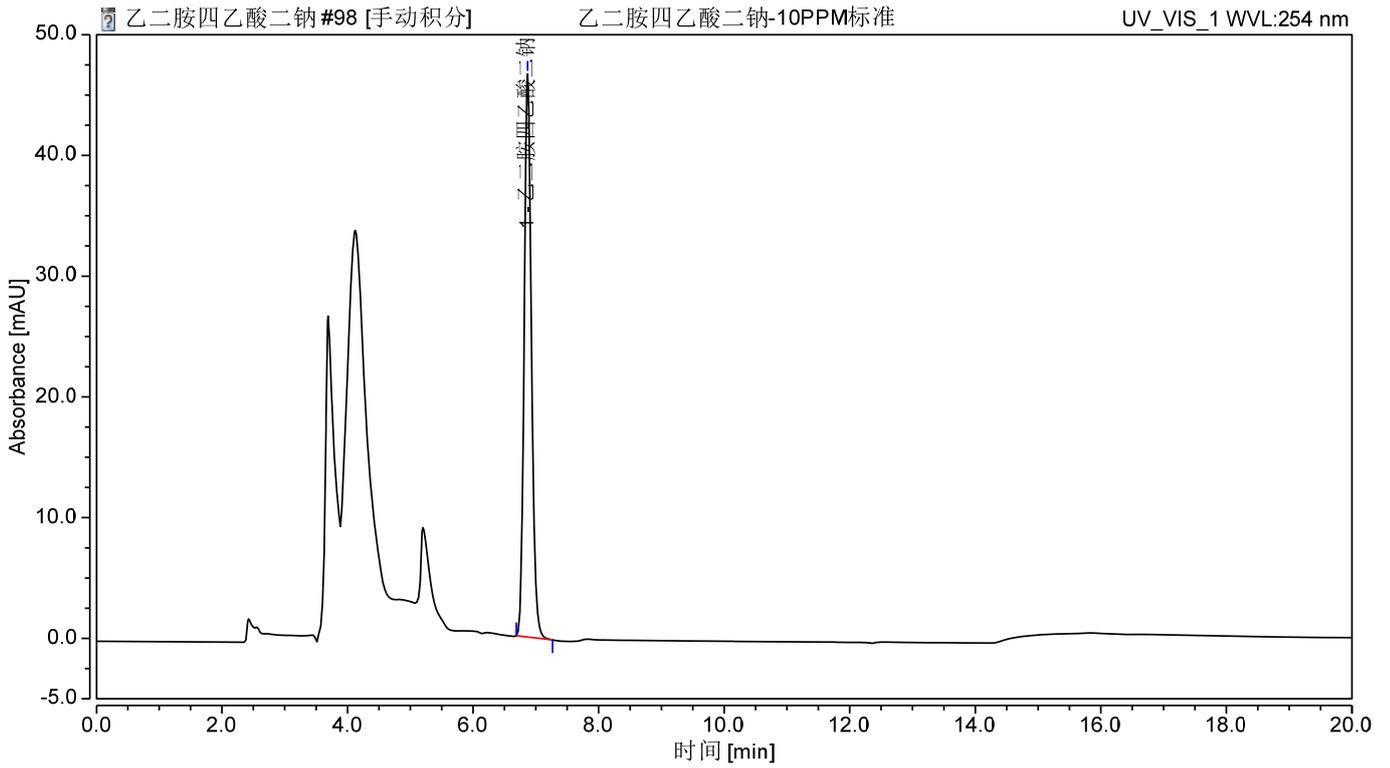


图 1. 酱腌菜乙二胺四乙酸二钠络合物 10mg/L 标准图谱

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	6.868	6.280	46.626	100.00	1.15	n. a.	17317

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

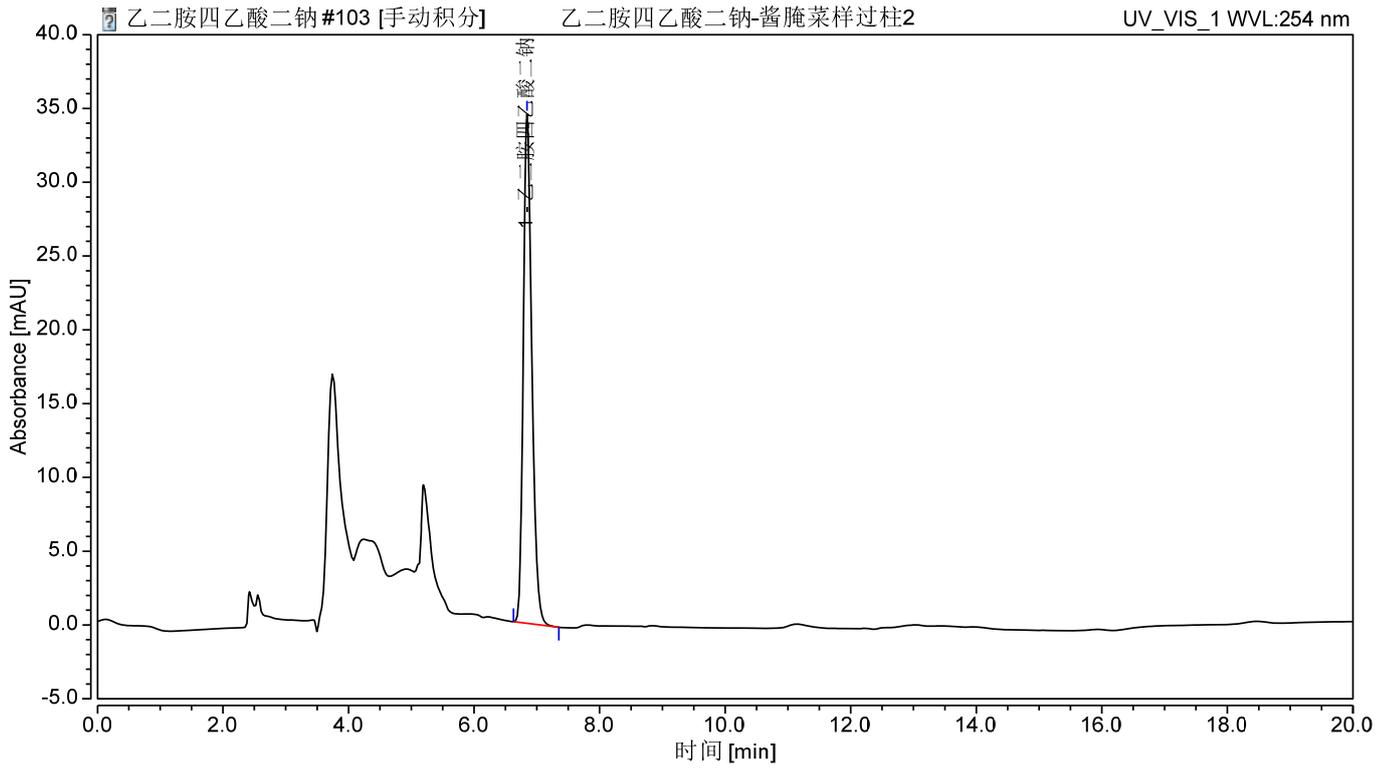


图 2. 酱腌菜样过柱图谱

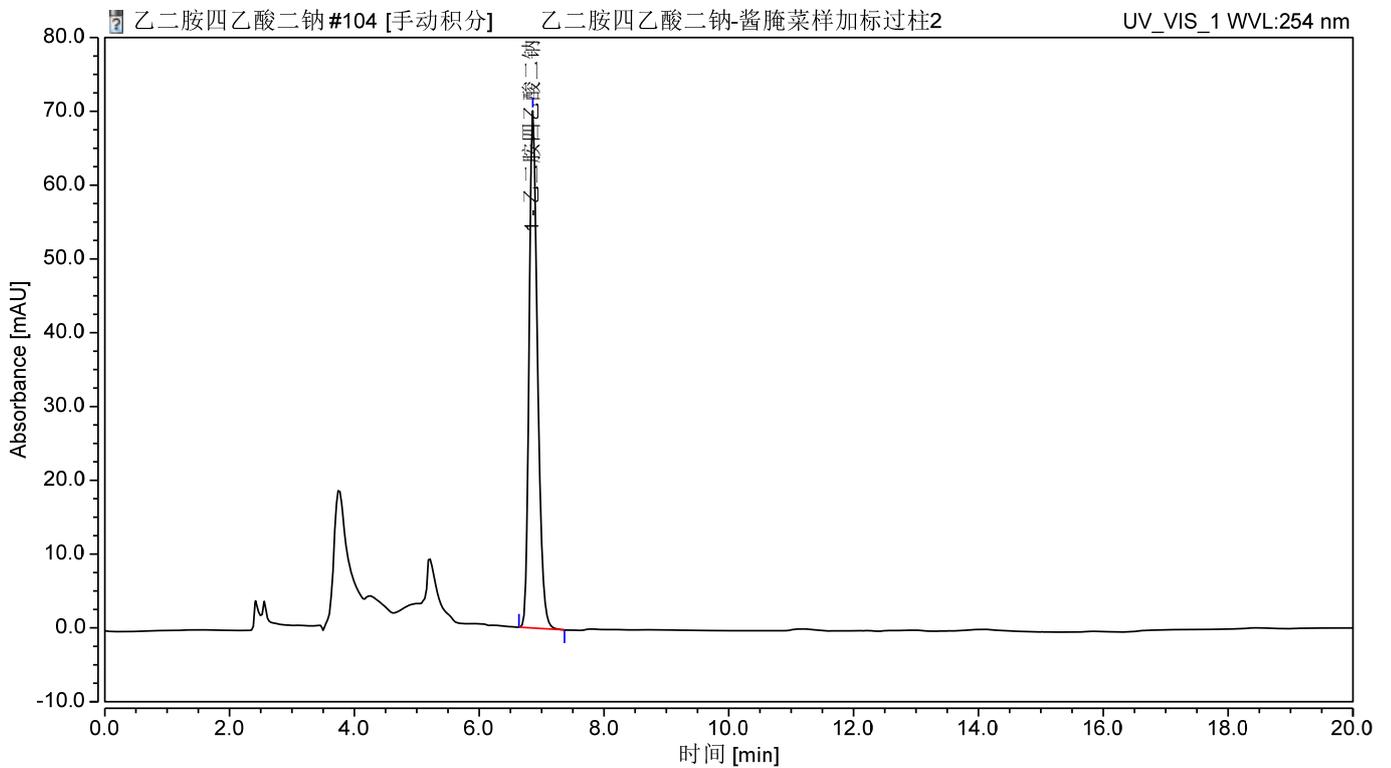


图 3. 酱腌菜样加标 100mg/kg 过柱图谱

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

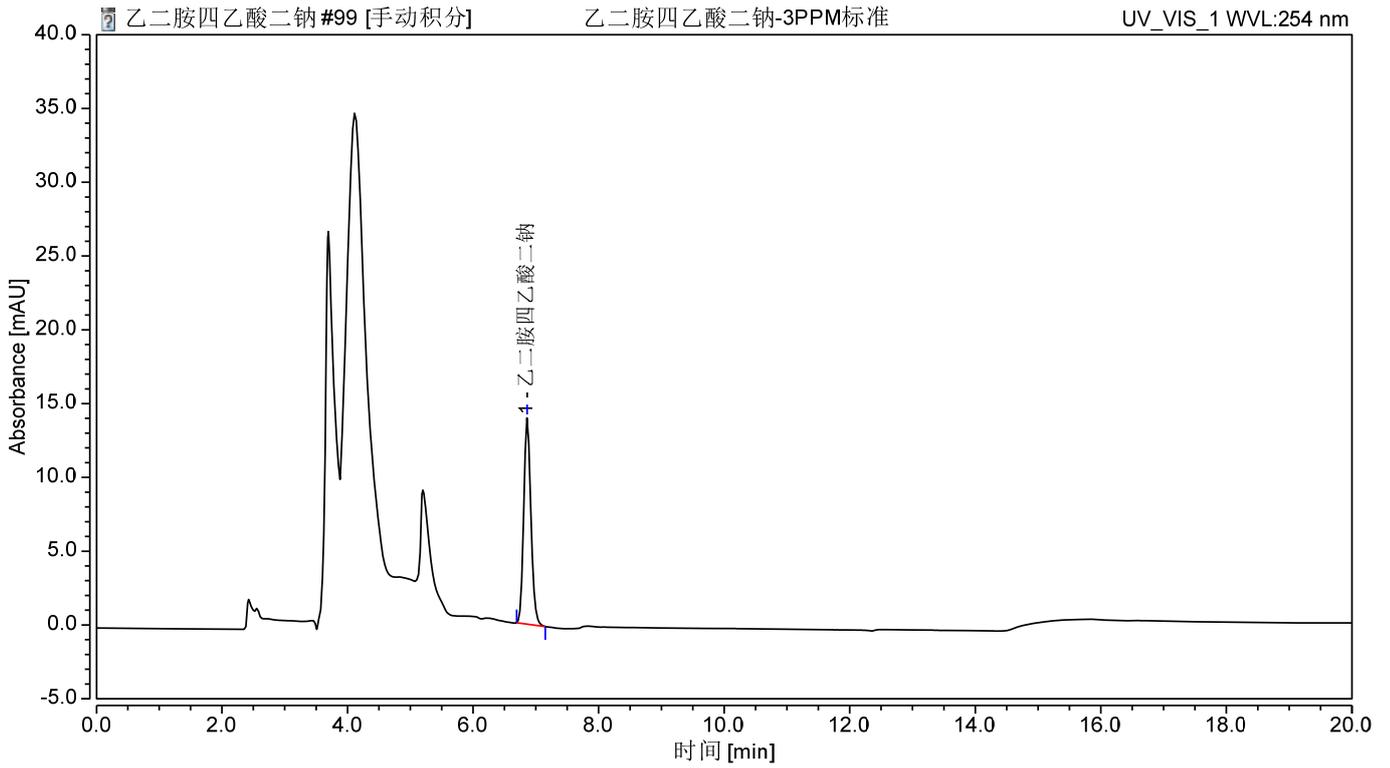


图 4.八宝粥乙二胺四乙酸二钠络合物 3mg/L 标准图谱

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	6.860	1.869	13.980	100.00	1.16	n. a.	17401

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

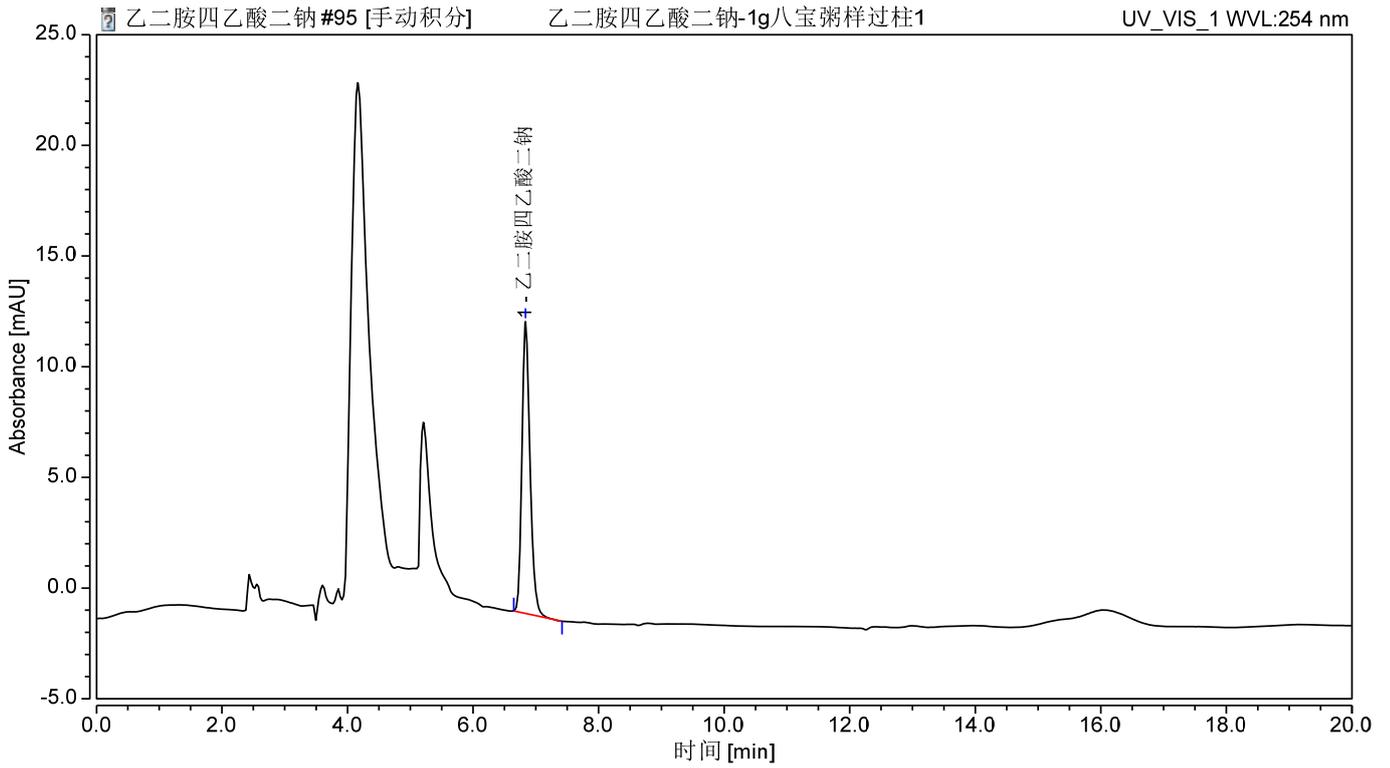


图 5. 八宝粥样过柱图谱

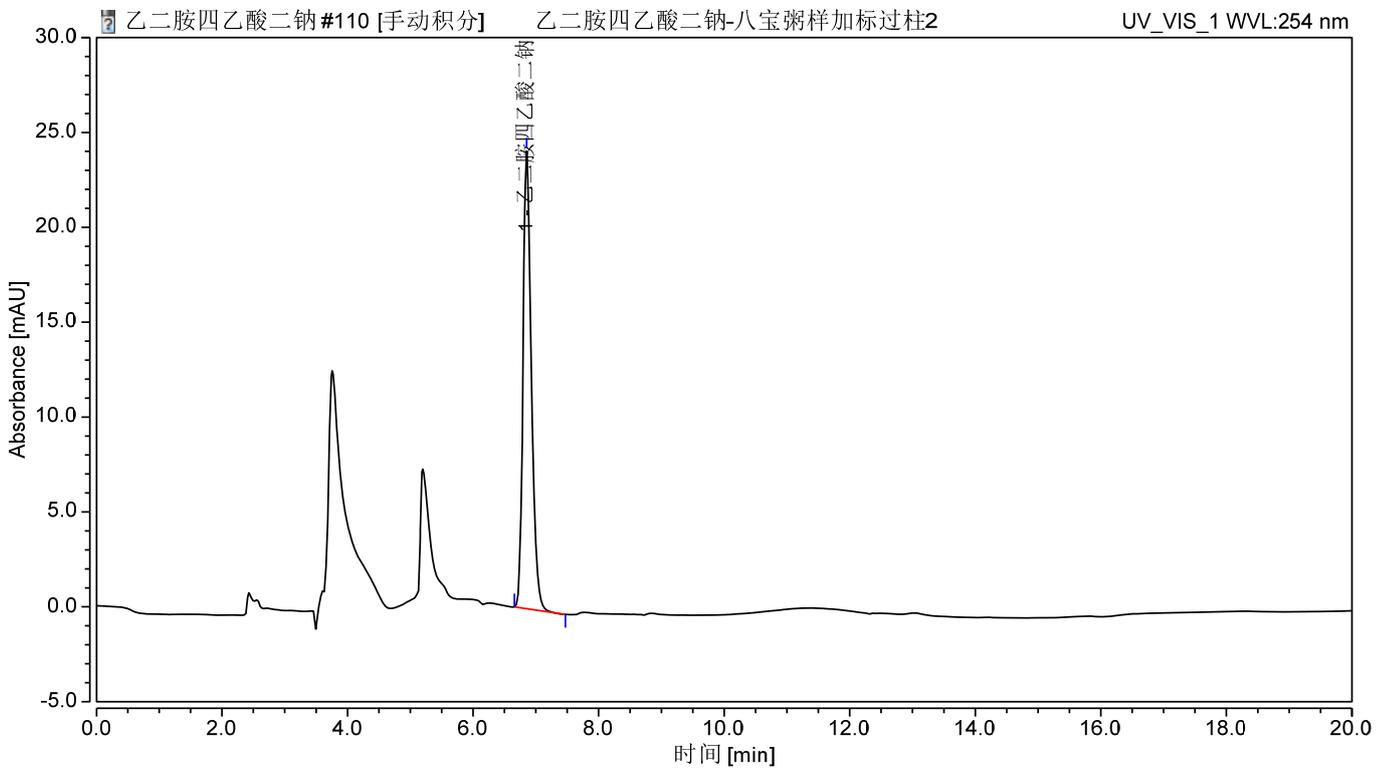


图 6. 八宝粥样加标 150mg/kg 过柱图谱

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)
酱腌菜	乙二胺四乙 酸二钠络合 物	100	89	1.58
八宝粥		150	90	4.46

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