

纽甜的测定

1、适用范围

适用于复合调味料和酱腌菜中纽甜含量的检测。

2、溶液的配制

纽甜标准储备液（1mg/mL）：称取纽甜标准品 100mg，置于 100ml 容量瓶中，用混合提取液定容至刻度。

纽甜标准工作液（20μg/mL）：量取 1mg/mL 纽甜标准储备液 1.0mL 至 50mL 容量瓶中，用混合提取液稀释至刻度。

混合提取液：分别吸取 0.8ml 甲酸和 2.5ml 三乙胺，加水定容至 1000ml。

离子对试剂缓冲液：称取 2.00g 辛烷磺酸钠，用 500ml 水溶解，加入 1.0ml 磷酸，加水定容至 1000ml。

3、提取步骤

称取 1g 样品于 50ml 离心管中，加入 15ml 混合提取液，涡旋混匀 5min，超声 30min，用混合提取液定容至刻度。若溶液浑浊，8000r/min 离心 10min，吸取 10ml 上清液待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® PS/DVB 规格：200mg/6mL。

活化：5mL 甲醇，10mL 水，弃去

上样：10ml 待净化液全部上样，弃去

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

淋洗：5mL 混合提取液，弃去，抽干

洗脱：5mL 甲醇，收集于 15ml 离心管中，抽干

40℃氮吹至近干，用混合提取液定容至 2ml，经滤膜过滤后，上 HPLC 检测。

5、注意事项

- 1) 上样速度不能过快，保持在 1ml/min;
- 2) 加标过程：1g 样品中，加入 20µg/mL 标准使用液 200µL，其加标水平即为 4mg/kg。其中机度数为 1mg/L。
- 3) 加标量需要根据前处理过程中，试样的最终定容体积来确定，此处定容体积为 20ml。
- 4) 流动相：乙腈/离子对试剂（4/6）需预先混合为一相，供上机测定。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Xtimate®C18（4.6 x 250 mm, 5 µm）

流动相：离子对试剂缓冲溶液/乙腈（60/40）

流速：1.0mL/min

柱温：30℃

进样量：20µL

检测波长：218nm;

7、色谱图及加标回收率结果

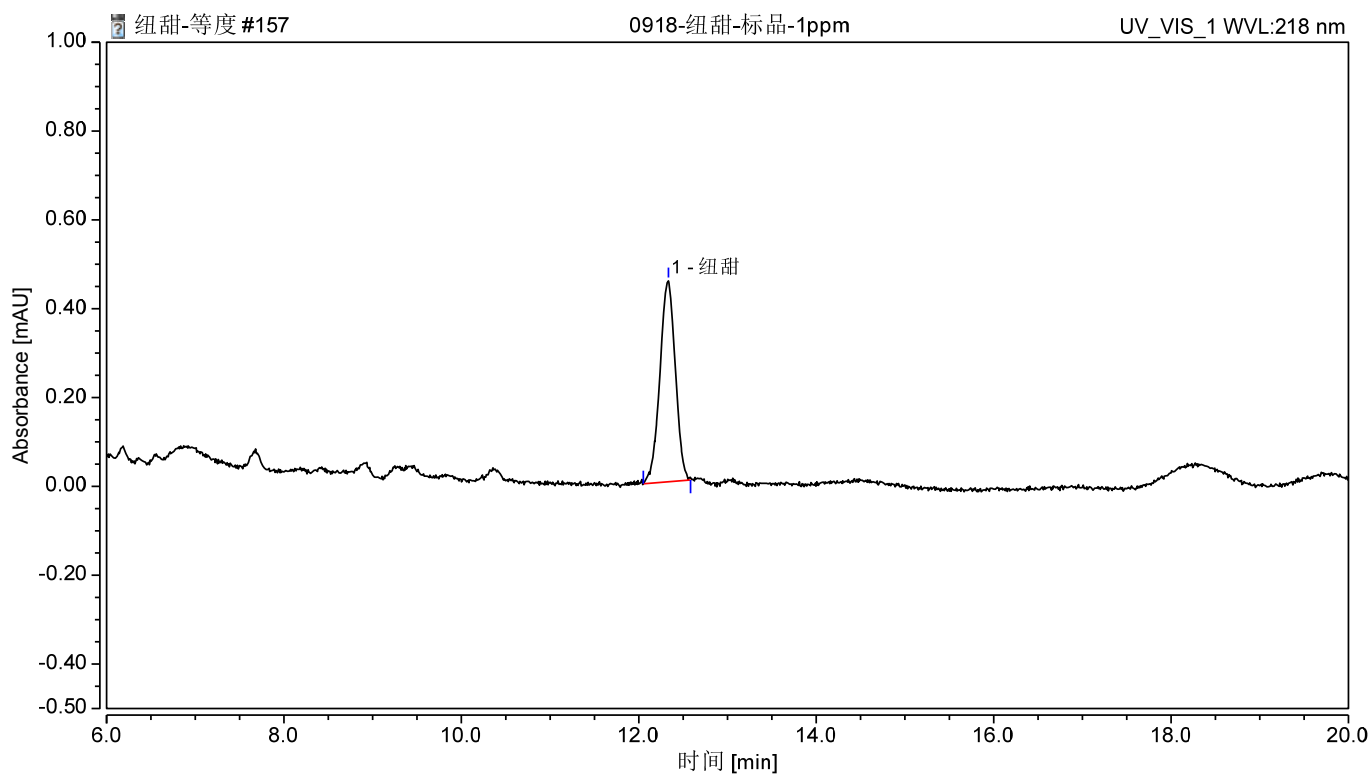


图 1. 复合调味料纽甜标准品 1.0mg/L 谱图

表 1：相关峰信息

序号	峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	分离度	不对称度	塔板数
1	纽甜	12.333	0.091	0.452	100	n. a.	0.95	23607

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

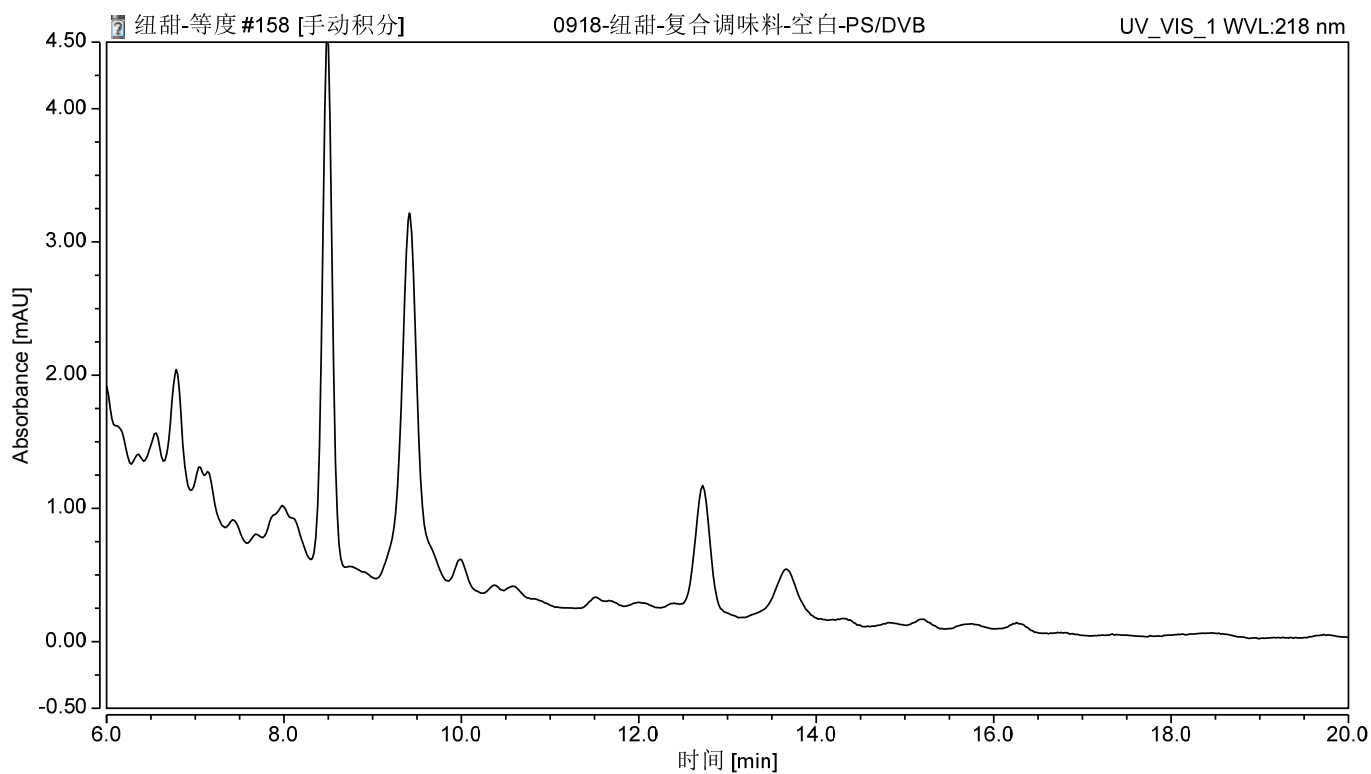


图 2.复合调味料样品空白谱图

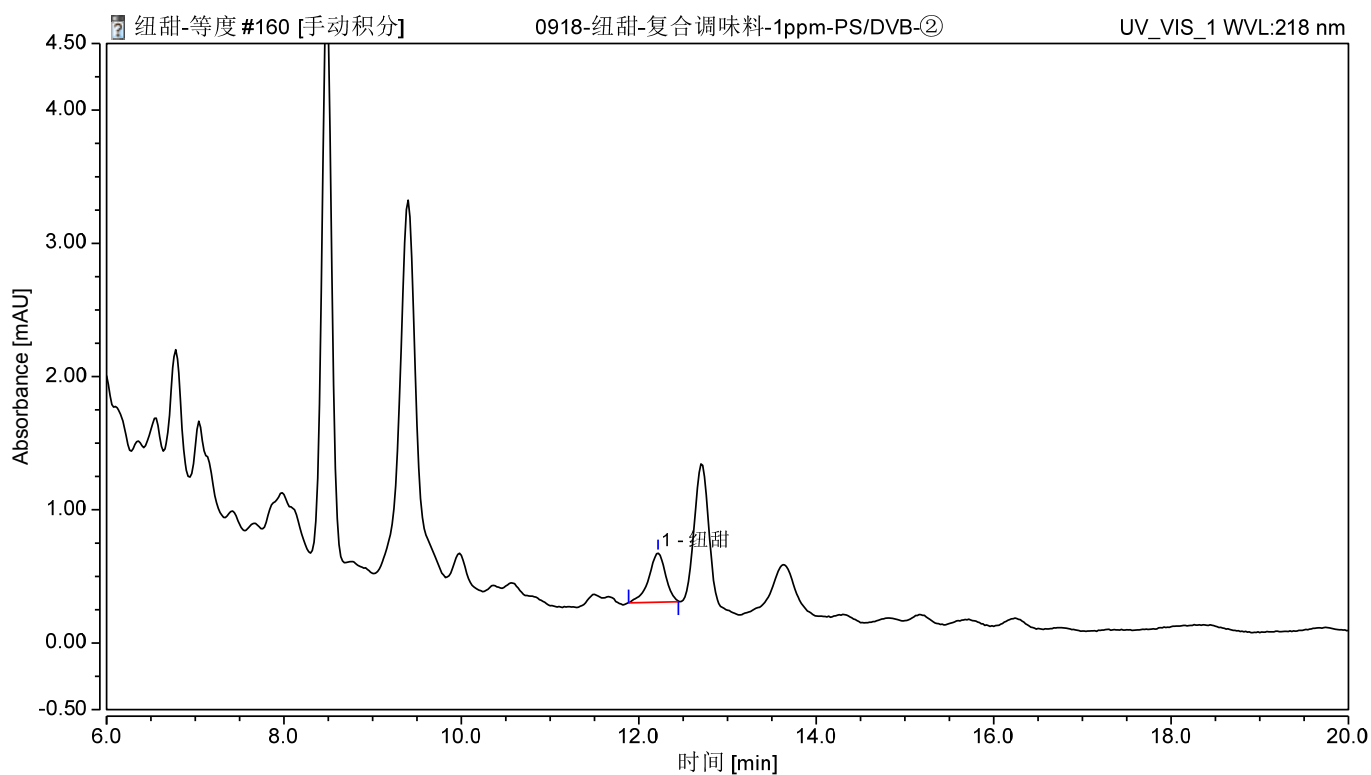


图 3.复合调味料样品加标 4mg/kg 谱图

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

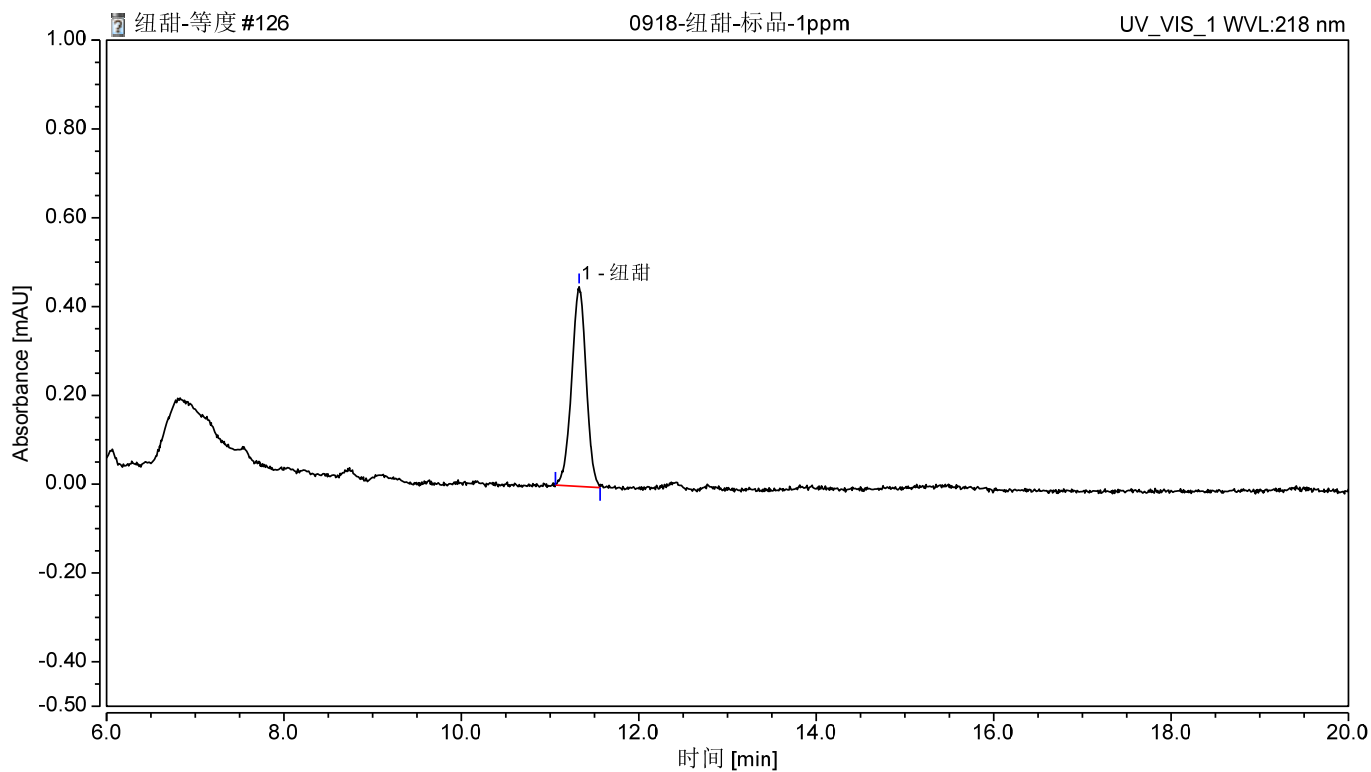


图 4.酱腌菜纽甜标准品 1.0mg/L 谱图

表 2：相关峰信息

序号	峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	分离度	不对称度	塔板数
1	纽甜	11.327	0.085	0.450	100	n. a.	0.96	23026

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

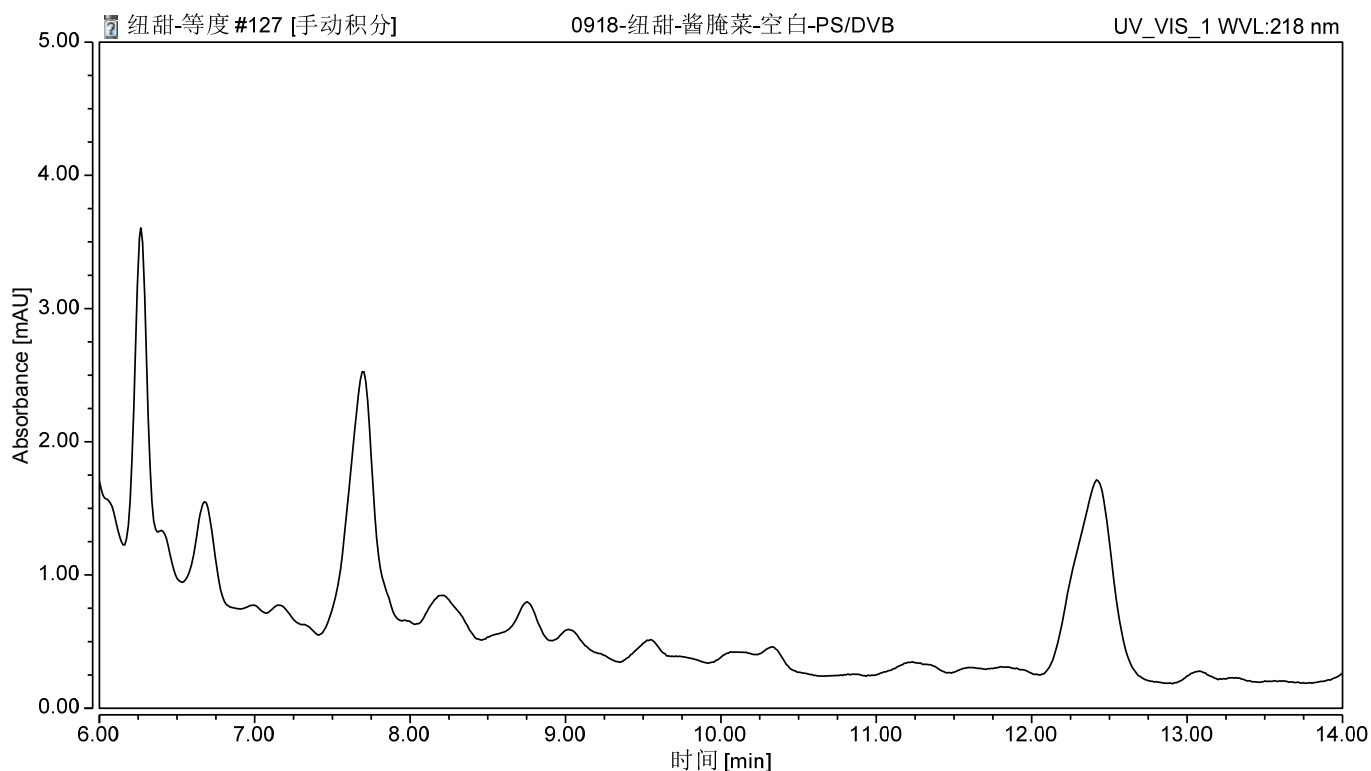


图 5.酱腌菜样品空白谱图

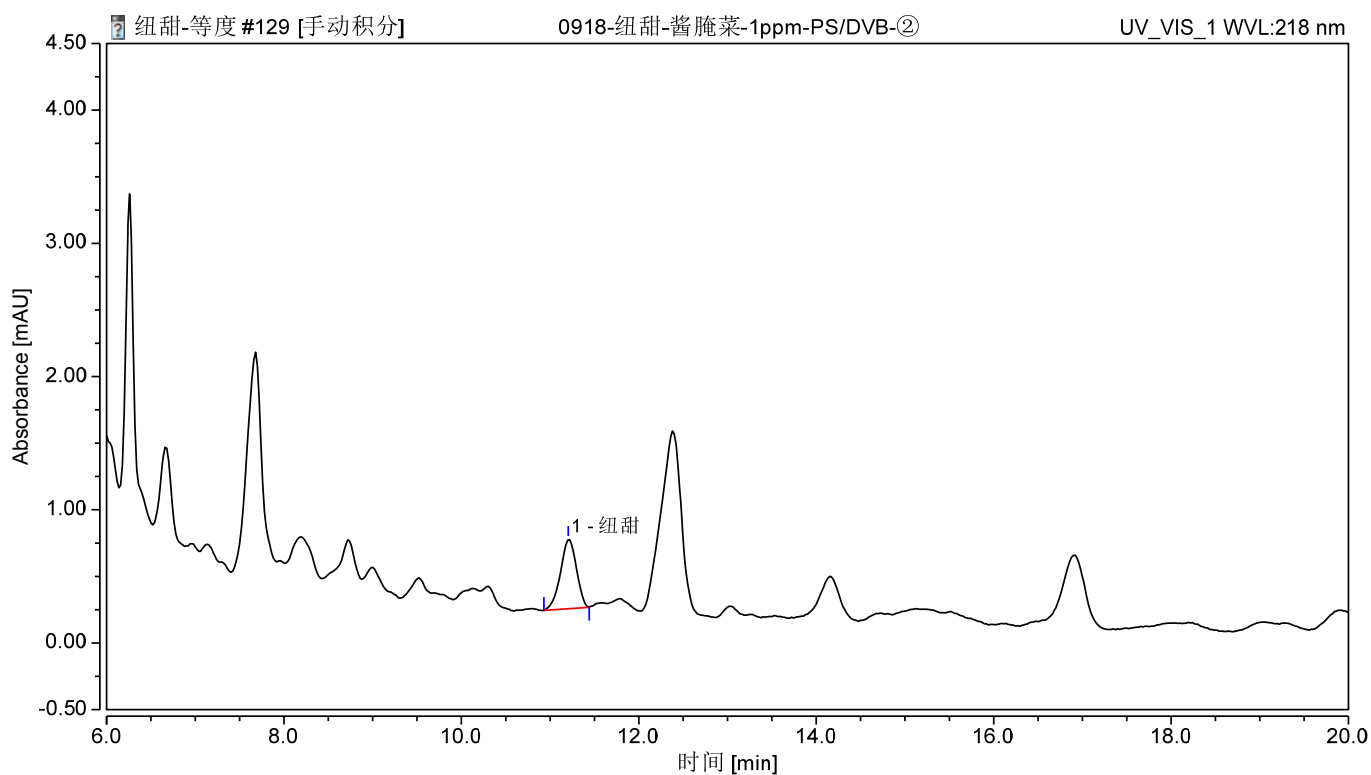


图 6.酱腌菜样品加标 4mg/kg 谱图

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 3：复合调味料样品加标回收率

SPE 柱	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% N=3
PS/DVB	4.0	92.21	0.27

表 4：酱腌菜样品加标回收率

SPE 柱	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% N=3
PS/DVB	4.0	97.74	2.31