

黄油中脱氢乙酸的测定

1.适用范围

适用于黄油中脱氢乙酸含量的测定

参考标准：《GB 5009.121-2016 食品安全国家标准 食品中脱氢乙酸的测定》

《GBT 23377-2009 食品中脱氢乙酸的测定高效液相色谱法》

2.溶液的配制

标准储备液：准确称取脱氢乙酸标准品 50mg 至 50ml 容量瓶中，用水溶解并定容至刻度。2-8℃保存，浓度为 1000 μ g/mL。

标准使用液：将 1mL 标准储备液（1000 μ g/mL）转移至 10ml 容量瓶中，用水定容至刻度。2-8℃保存，浓度为 100 μ g/L。

氢氧化钠溶液（1mol/L）：称取 4g 氢氧化钠，加入 100mL 水，混匀。

10%甲酸甲醇：量取 10mL 甲酸、90mL 甲醇，混匀。

0.02mol/L 乙酸铵（pH=10）：称取 1.54g 乙酸铵，溶于 900mL 水，用氨水调节 pH 至 10，稀释至 1L。

硫酸锌溶液（120g/L）：称取 120g 硫酸锌，溶于水并稀释至 1L。

3.提取步骤

称取 2g 样品于 50mL 离心管，加入 5mL 氢氧化钠溶液（1mol/L），5mL 硫酸锌溶液，定容至 25mL，再加入 5ml 正己烷，涡旋混匀 2min，超声提取 15min，8000r/min 离心 5min，取水相层待净化。

4.SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® P-SAX，规格：200 mg/6mL。

活化：5mL 甲醇，5mL 水，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：321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

上样：10ml 待净化液上样，弃去

淋洗：5mL 水，弃去，抽干

洗脱：5mL 10%甲酸甲醇，收集于 15ml 离心管中，抽干

40℃氮吹至约 200 μ L，用水定容至 2ml，过 0.45 μ m 水系滤膜后上 HPLC 检测。

5.注意事项

- 1) 上样过程不能过快，保持在 1ml/min;
- 2) 加标水平：2g 样中，添加 0.1mL 100 μ g/L 标准使用液，得到加标水平为 5.0mg/kg 最终定容到 2mL，机读数为 2.0mg/L。
- 3) 国标要求的流动相，峰形会拖尾，增加用氨水调节 pH 至 10，峰形问题得以解决
- 4) 国标中提到液相分离效果不好时，可以使用 C18 小柱净化，不过实验过程复杂，回收率不理想，经优化，实验验证 P-SAX 小柱的效果远远好于 C18 小柱，因此，我们选用 P-SAX

6.色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C18，4.6 \times 250mm,5 μ m

流动相：甲醇+0.02mol/L 乙酸铵 = 10+90;

流速：1.0mL/min

柱温：30℃

进样量：20 μ L

检测波长：293nm

7. 色谱图或者加标回收率结果

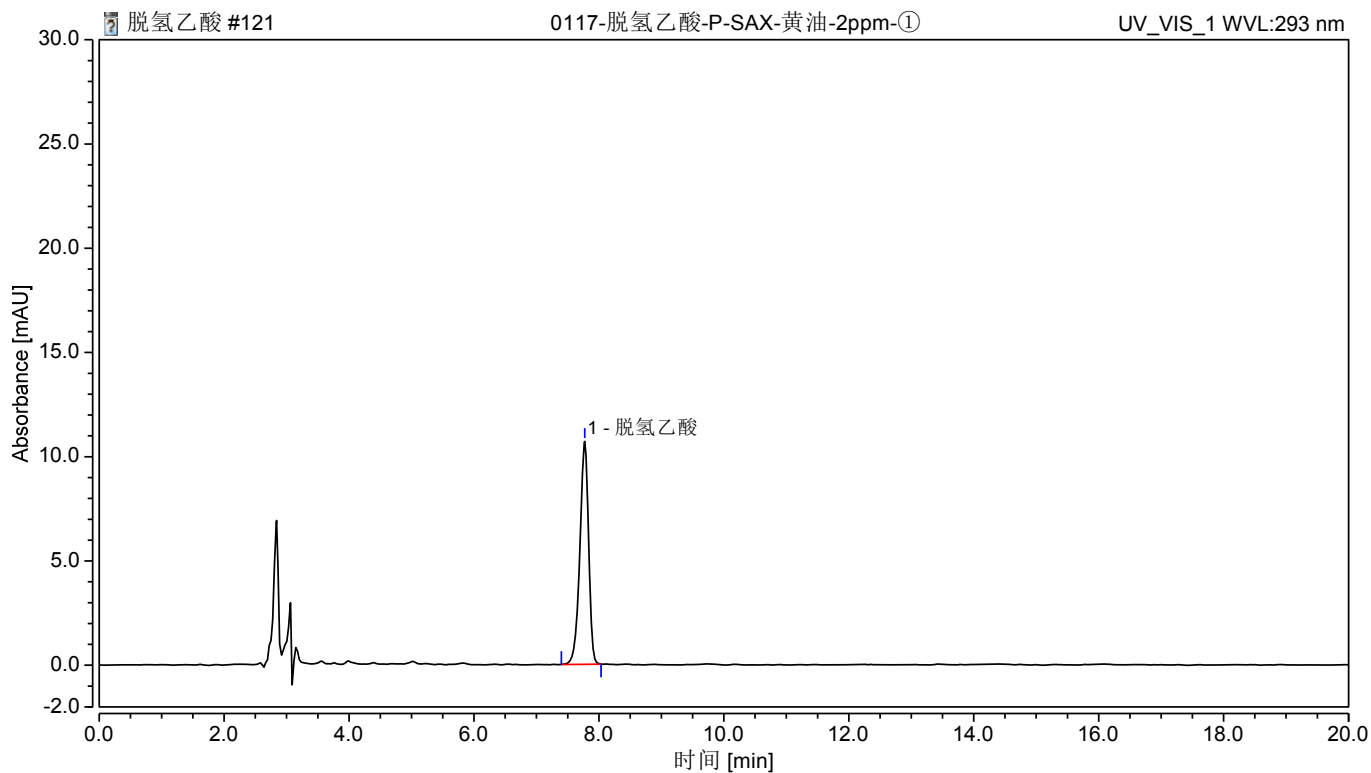


图 1.脱氢乙酸标准品 2.0 mg/L 图谱

表 3: 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	拖尾因子	塔板数
1	脱氢乙酸	7.773	1.737	10.693	100.00	n.a.	0.76	15268

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

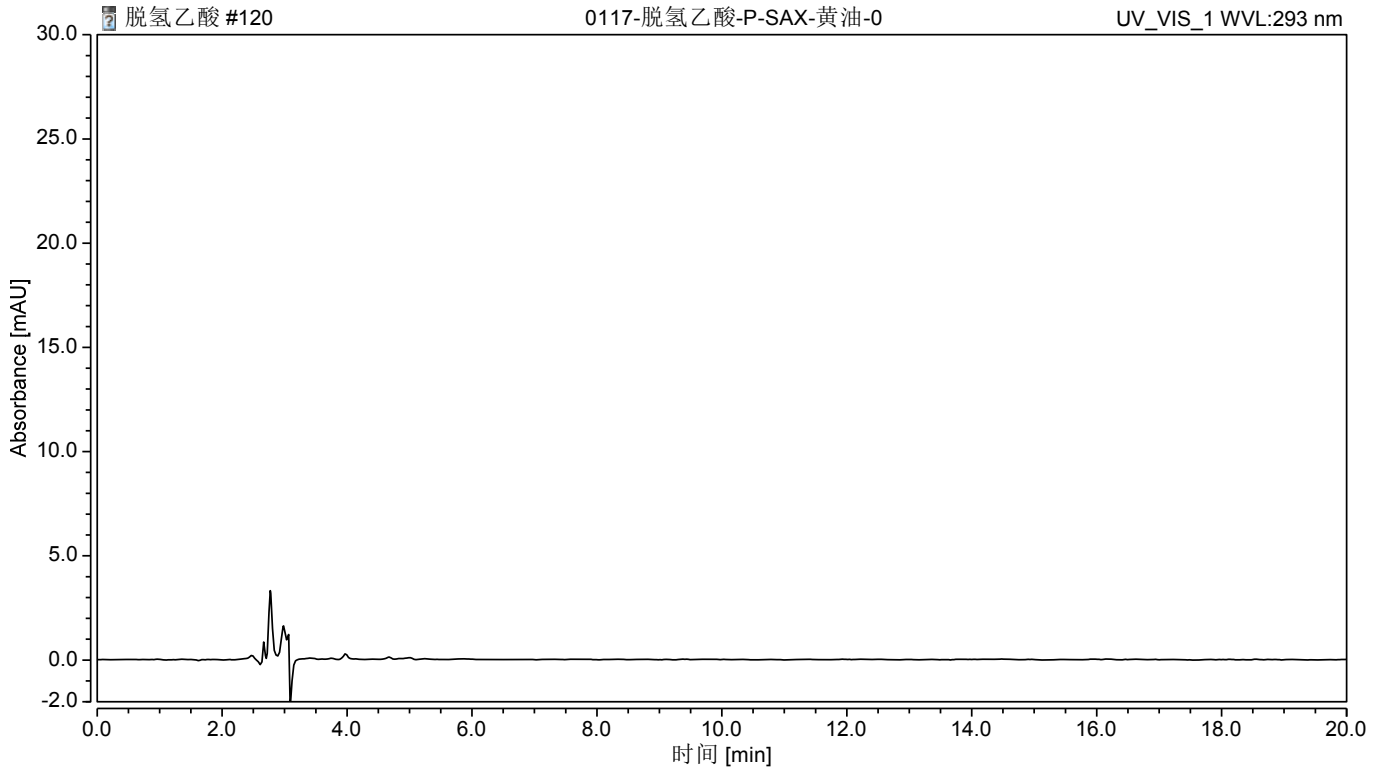


图 2.黄油空白图谱

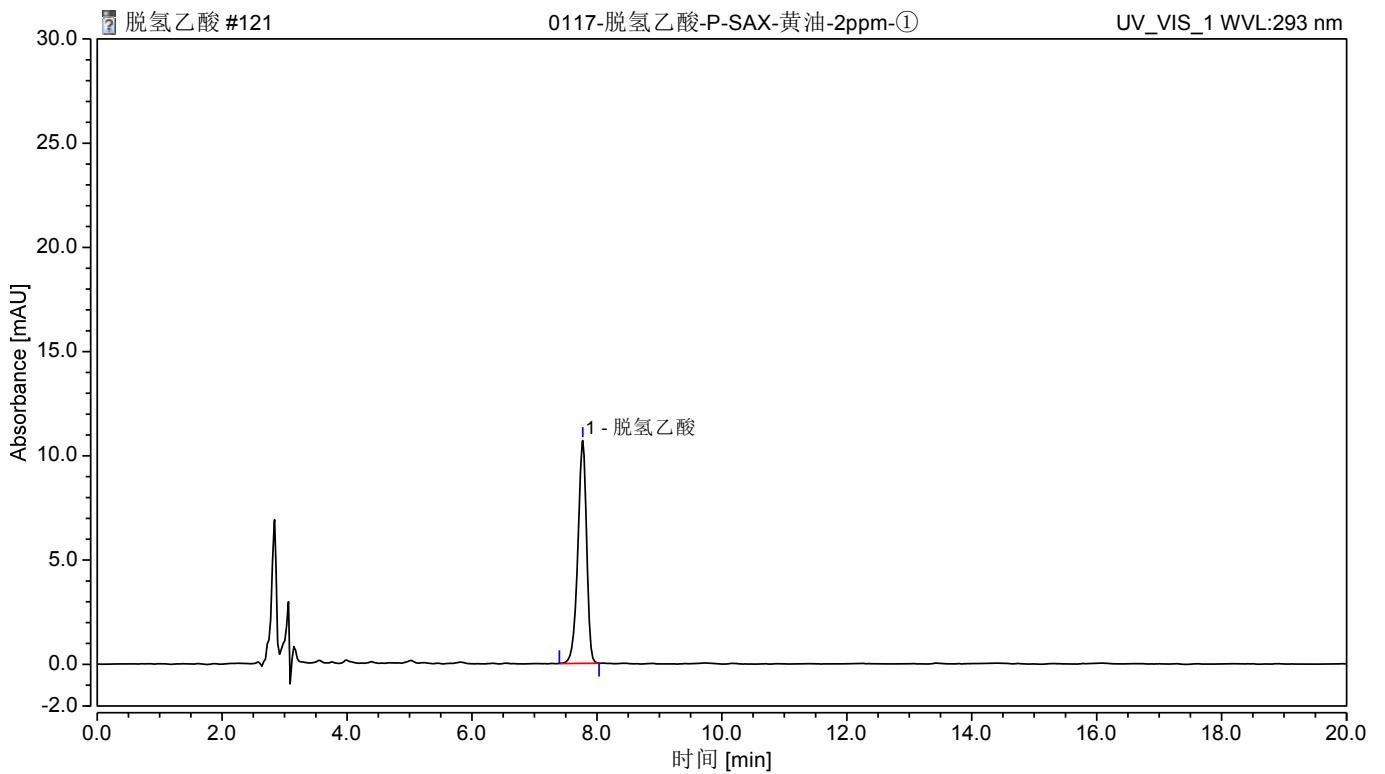


图 3.黄油加标 5.0mg/kg 图谱

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: 321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

表 4: 黄油加标回收率

分类	加标水平 mg/kg	回收率%	RSD/% (n=3)
脱氢乙酸	5.0	85.07%	3.39%

8. 相关产品信息

货号	名称	规格
00524-20014	SPE 小柱	Welchrom® P-SAX,200mg/6ml,30pk
00000-30016	50mL 螺口尖底离心管	50 支/包
00000-30113	15mL 螺口尖底离心管	100 支/包
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫,9mm 蓝色短螺纹开口盖中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2ml 透明短螺纹广口样品瓶带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00201-31043	液相色谱柱	Ultimate® XB-C18, 4.6×250mm,5µm
00802-01102	针头式过滤器	进口 MCE, 13mm*0.45µm,100pk
00826-D014P2 50	脱氢乙酸标准品	CAS No.:520-45-6,250mg

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

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