

## 月旭科技牛奶中五氯酚钠的测定

### 1、适用范围

适用于牛奶中五氯酚钠的检测

参考标准：《GB23200.92-2016 食品安全国家标准动物源性食品中五氯酚残留量的测定》

### 2、溶液的配制

- 1) 标准工作液：精确移取 1mL 五氯酚钠 100mg/L，用甲醇溶解并定容到 10mL，浓度为 10mg/L。
- 2) 洗脱剂-4%甲酸甲醇：取 4mL 甲酸用甲醇定容至 100mL。
- 4) 5%氨水：取 5mL 氨水用水定容至 100mL。
- 5) 提取剂-5%三乙胺的乙腈水溶液：移取 5mL 三乙胺，再用 70%的乙腈水（乙腈：水=7：3）定容至 100mL。

### 3、提取步骤

精密称取牛奶 1g，置于 50mL 离心管中，加入 10mL 提取剂，涡旋混匀 2min，超声 20min，8000r/min 离心 5min，移取上清液，待净化。

### 4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom®P-SAX 规格：150 mg/6mL。

活化：10 mL 甲醇、10 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：用 5%氨水，甲醇淋洗，弃去，抽干。

洗脱：12mL4%甲酸甲醇水洗脱，抽干。

复溶：将洗脱液在 40℃ 下氮吹至 1mL，用水定容至 2mL，上机分析。

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

## 5、注意事项

加标水平: 在 1g 样中加入 20 $\mu$ L 10mg/L 的五氯酚钠标准工作液, 加标水平 0.2mg/kg, 机度数 0.1mg/L;

在 1g 样中加入 100 $\mu$ L 10mg/L 的富马酸二甲酯标准工作液, 加标水平 1mg/kg, 机度数 0.5mg/L。

## 6、色谱条件

色谱柱: 月旭 Ultimate<sup>®</sup>ODS-3 , 4.6 $\times$ 250mm, 5 $\mu$ m

流动相: A-甲醇: B-0.1%磷酸水

流速: 1.000mL/min

柱温: 30 $^{\circ}$ C

进样量: 20 $\mu$ L

检测波长: 215nm

## 7、色谱图或者加标回收率结果

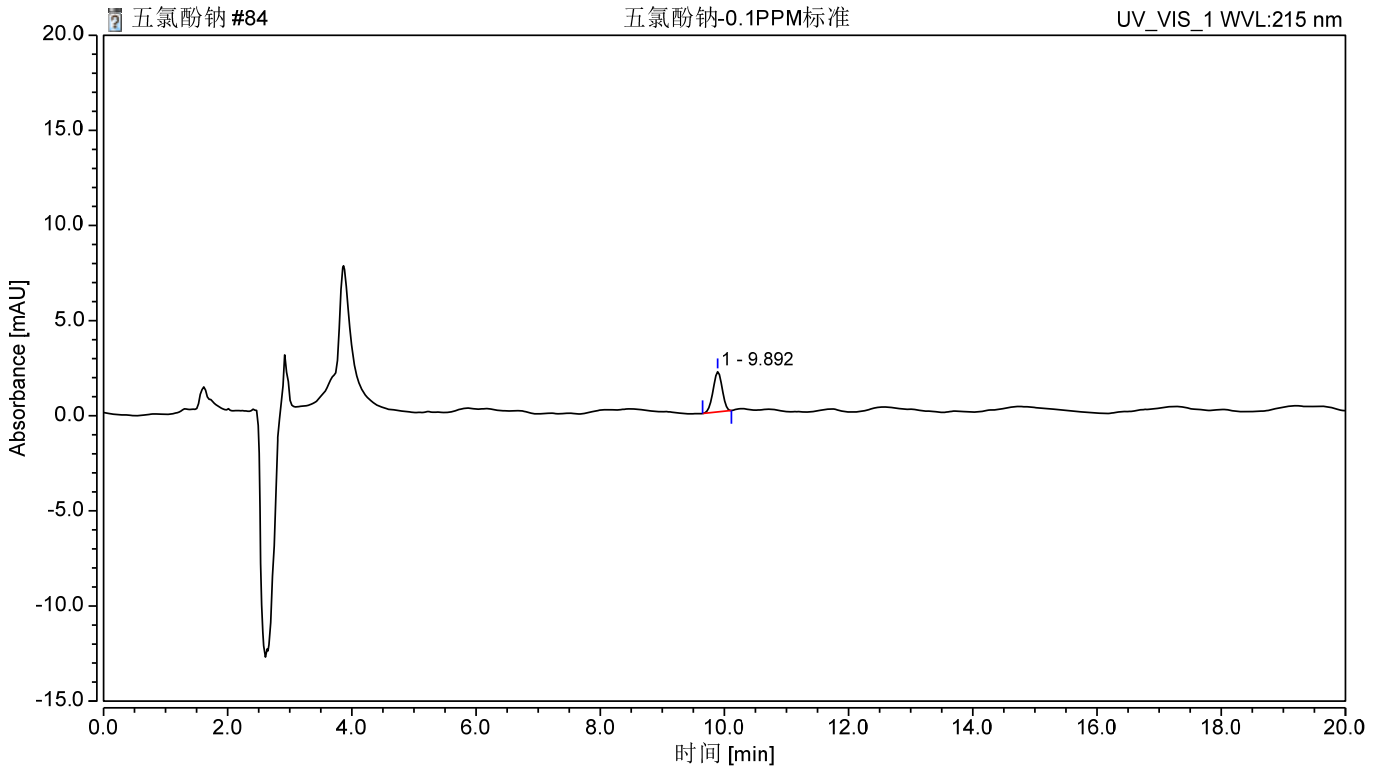


图 1.五氯酚钠 0.1mg/L 标准图谱

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	五氯酚钠	9.892	0.361	2.115	100.00	0.97	n. a.	20982

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

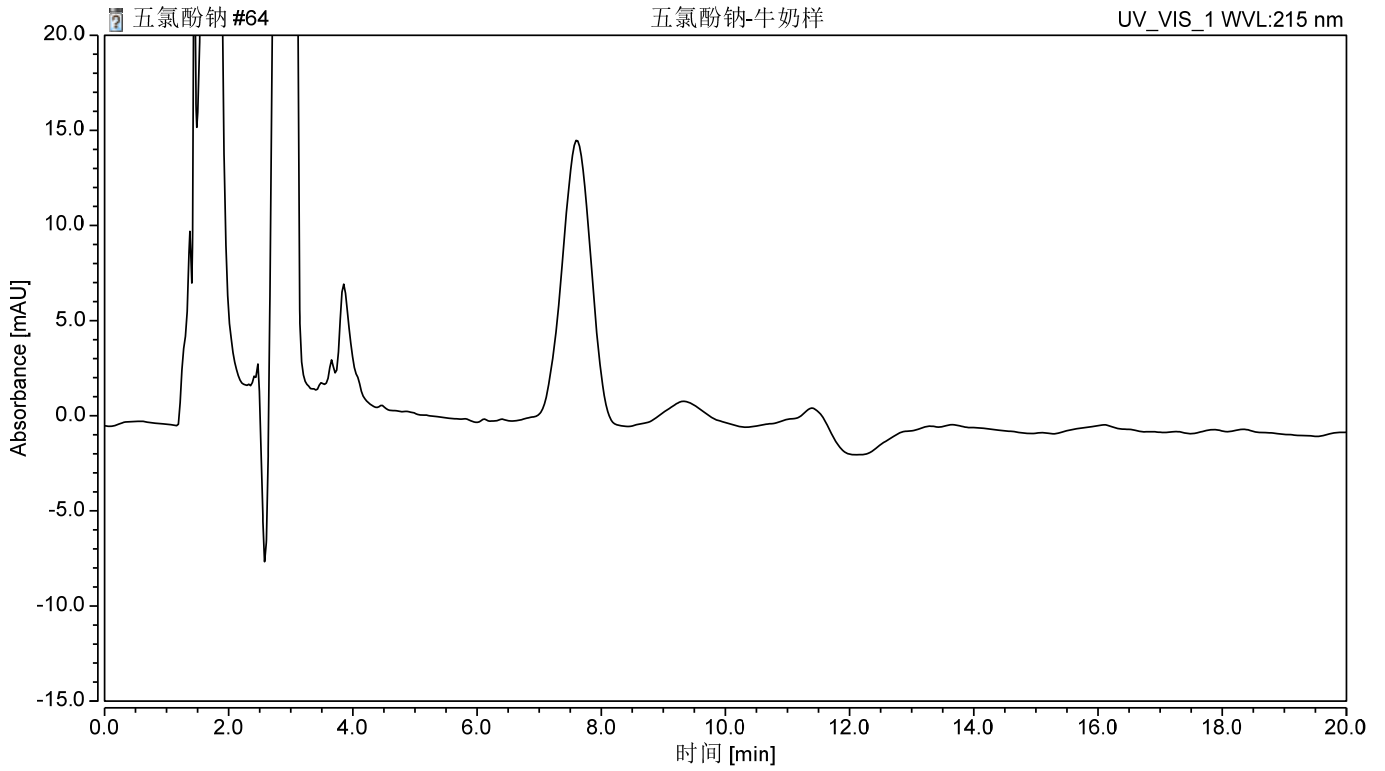


图 2. 牛奶样过柱图谱

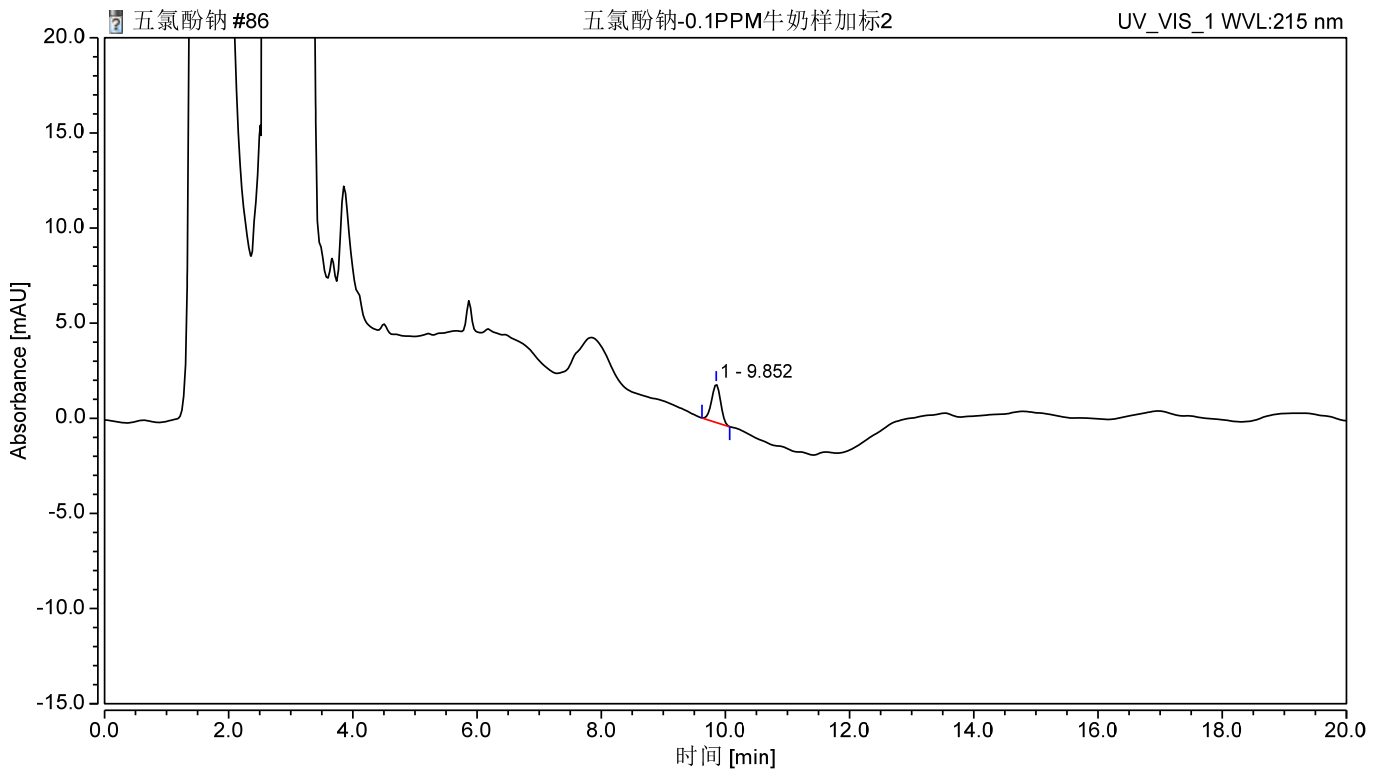


图 3. 牛奶样加标 0.2mg/kg 过柱图谱

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

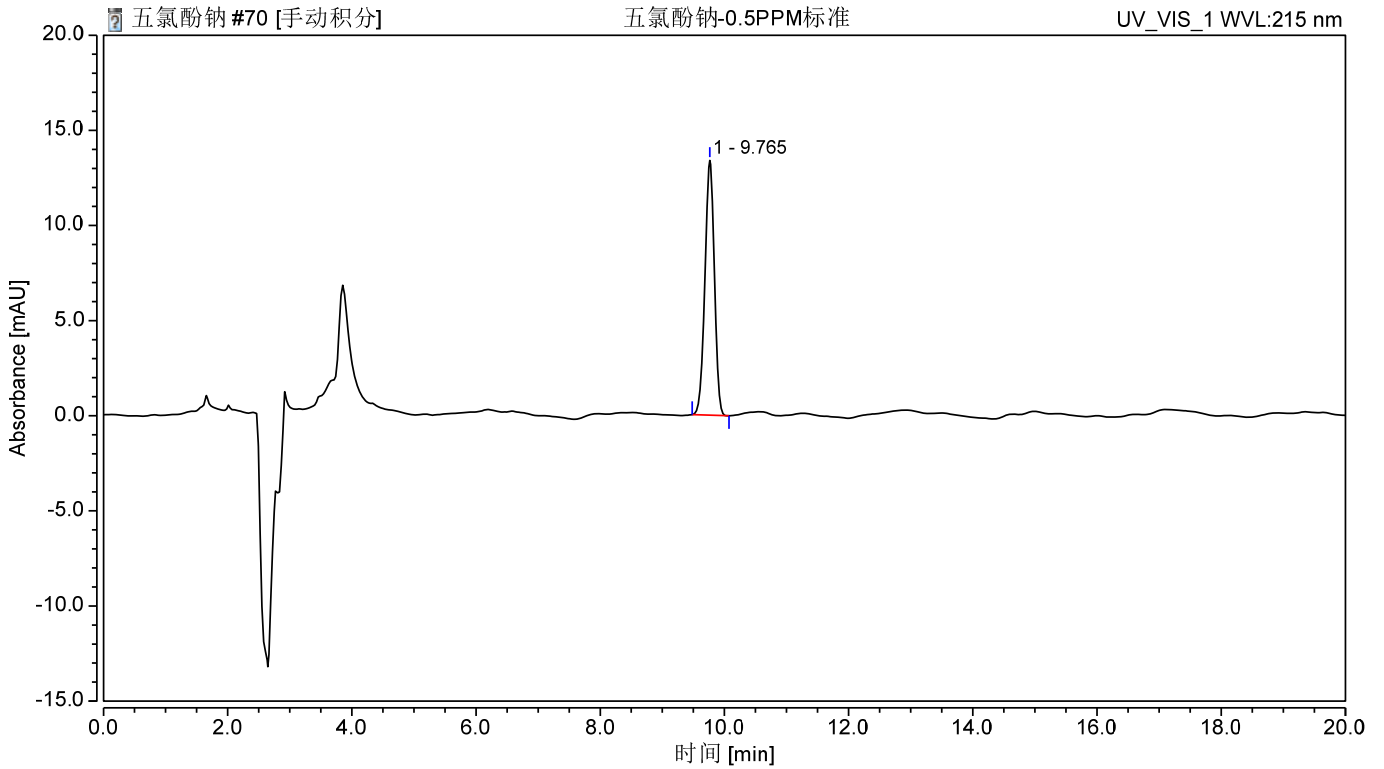


图 4.五氯酚钠 0.5mg/L 标准图谱

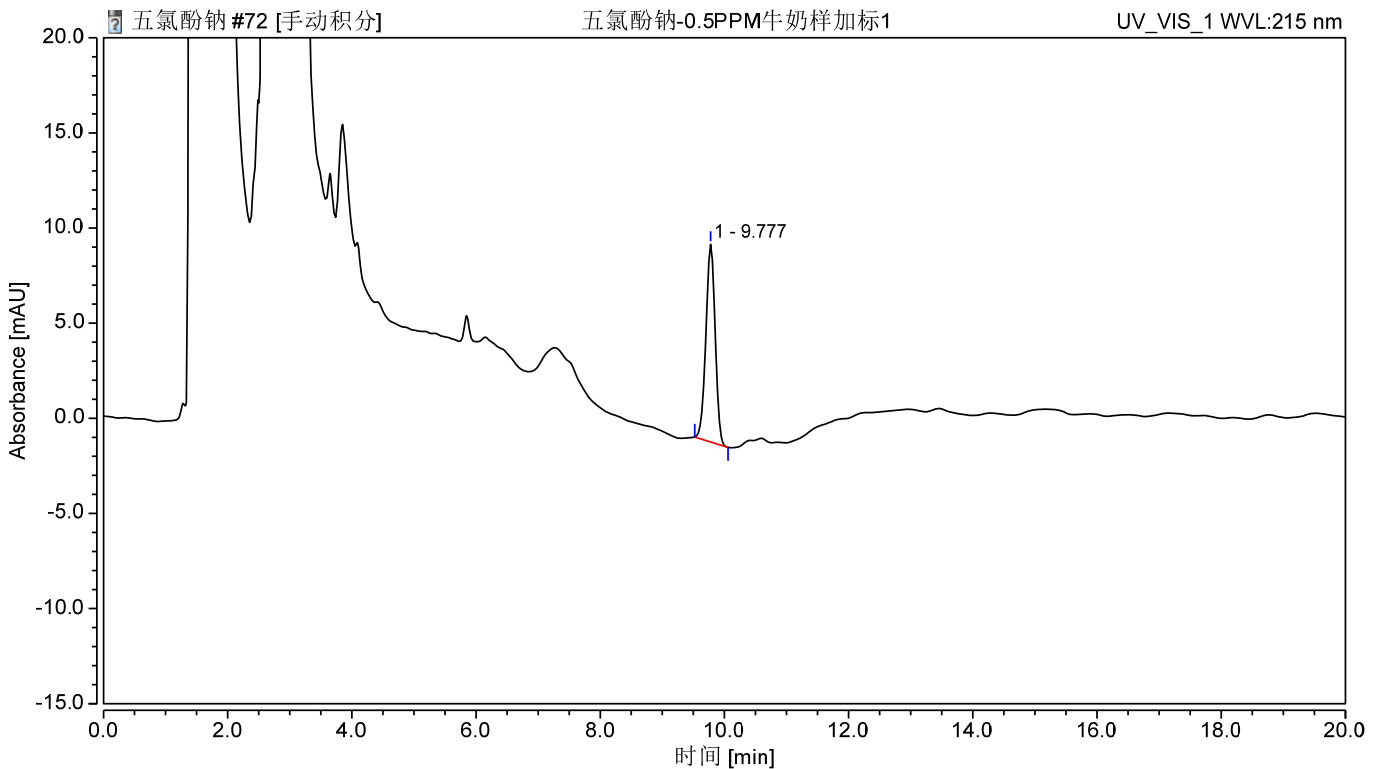


图 5. 牛奶样加标 1mg/kg 过柱图谱

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 1.五氯酚钠过 P-SAX 小柱加标回收表

	名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% (n=2)
1	五氯酚钠	0.2	95	2.26
2	五氯酚钠	1	80	0.44

## 8、相关产品信息

货号	名称	规格
00524-20043	SPE 小柱	Welchrom®P-SAX, 150mg/6ml,30pk
00000-30016	50mL 螺口尖底离心管	50 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
00275-31043	液相色谱柱	Ultimate®ODS-3, 4.6×250mm,5µm
	五氯酚钠	CAS 号: 131-52-2

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