

月旭科技乙基香兰素的测定

1、适用范围

适用于奶粉、蛋白粉中乙基香兰素的检测。(参考标准: GB 1886.283-2016)

2、溶液的配置

- 1)标准储备液:分别精确称取乙基香兰素 10mg,分别用乙腈溶解并定容到 10mL,浓度为 1000mg/L。
- 2) 20%甲醇: 移取 20mL 的甲醇, 用水定容至 100mL。
- 3) 5%乙酸甲醇: 移取 5mL 乙酸, 用甲醇定容至 100mL。
- 4) 50%乙腈: 移取 50mL 的乙腈, 用水定容至 100mL。

3、提取步骤

奶粉

- 1) 移取 1g 样品, 加入 10mL 的水, 振荡, 超声 10min, 离心 10min (8000r/min), 吸取上清液;
- 2) 再加入 10mL 水, 振荡, 超声 10min, 离心 10min (8000r/min), 吸取上清液;
- 3) 重复 2) 的过程, 合并所有上清液, 混匀, 再次离心 2min,待净化。

蛋白粉

移取 0.5g 样品, 加入 10mL 的水振荡, 8000rpm 下离心, 取澄清液, 再重复 2 次, 总计 30mL 水提取, 待净化。

4、SPE 净化步骤

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

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

活化：5 mL 甲醇、5 mL 水，弃去；

上样：待净化液 15mL 上样，控制流速，不宜过快，弃去；

淋洗：6mL20%甲醇水淋洗，弃去。

洗脱：15mL5%乙酸甲醇洗脱，收集于旋转蒸发瓶，并抽干小柱。

复溶：洗脱液在 45℃下减压蒸干，用 50%乙腈定容至 1mL。过 0.22μm 滤膜，上 HPLC 检测。

5、注意事项

- 1) 由于基质本身含目标物,根据其含量进行加标。0.5g 蛋白粉中移取 0.3mL 1000mg/L 乙基香兰素,得到加标水平乙基香兰素 60mg/kg,最终上机浓度为乙基香兰素 15mg/L; 1g 奶粉中移取 0.01mL 1000mg/L 乙基香兰素,得到加标水平乙基香兰素 10mg/kg,最终上机浓度为乙基香兰素 5mg/L
- 2) 经试验,超声后提取会更完全;

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate®LP-C18 4.6×250mm,5μm

流动相：A-0.1%磷酸溶液，B-甲醇

流速：1.0mL/min

柱温：30℃

进样量：20μL

检测波长：280nm

序号	时间	流速 (mL/min)	%A	%B
1	0.0	1.0	70	30
2	30.0	1.0	70	30

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

3	35.0	1.0	20	80
4	45.0	1.0	20	80

7、色谱图或者加标回收率结果

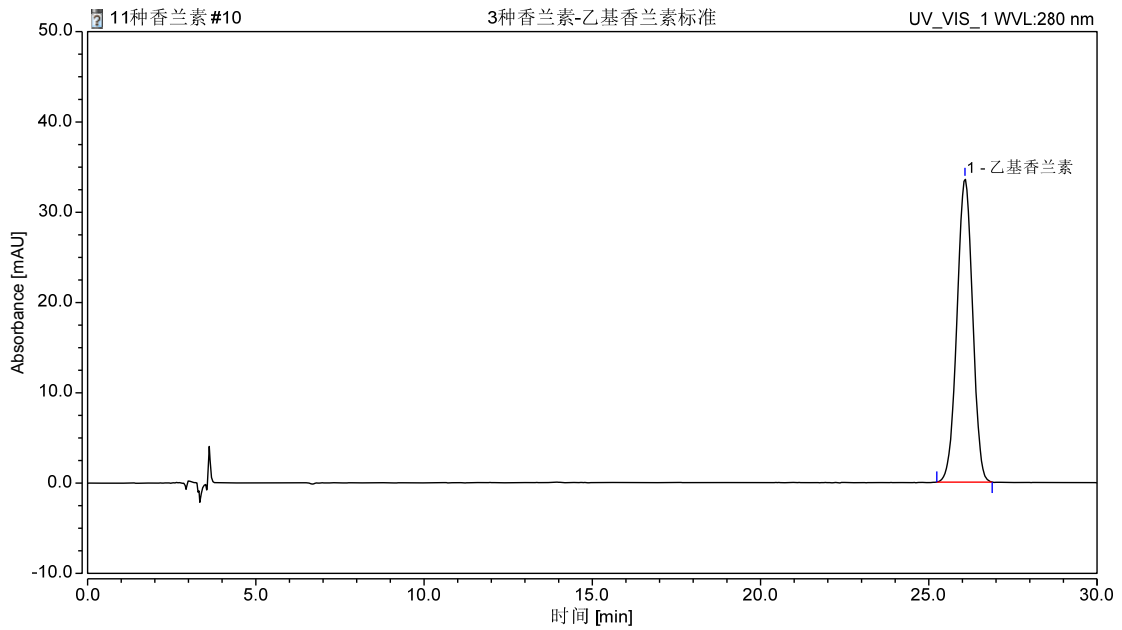


图 1 乙基香兰素对照 15mg/L 图谱

序号	峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	不对称度	分离度	塔板数
		min	mAU*min	mAU	%		(EP)	(EP)	(EP)
1	乙基香兰素	26.075	18.076	33.628	100.00	0.97	0.98	n.a.	14886

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

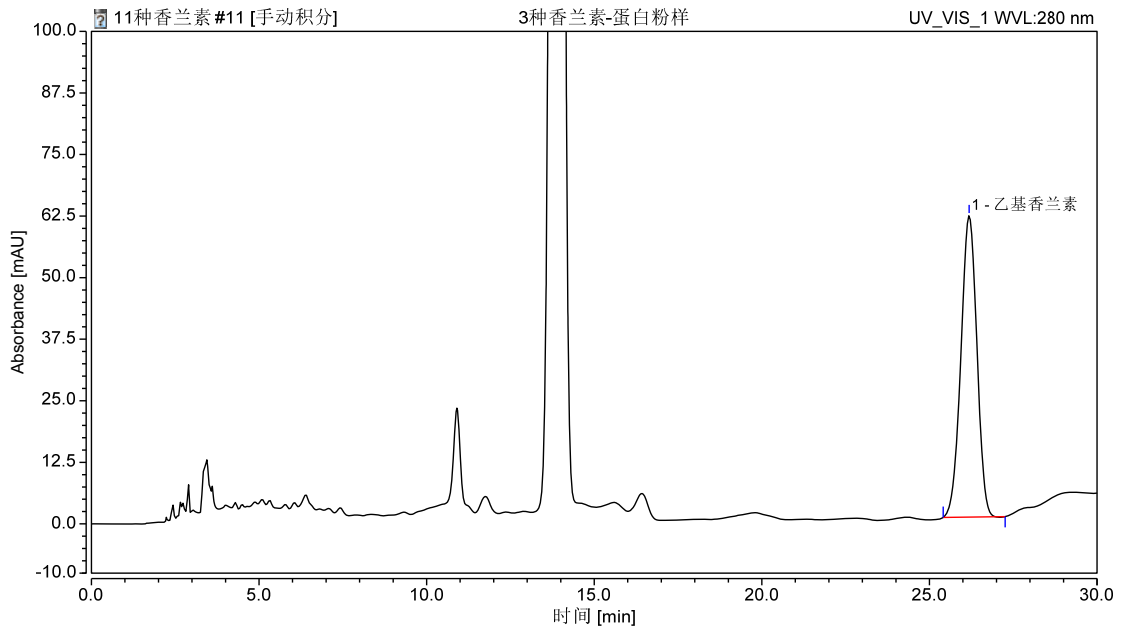


图 2 蛋白粉样

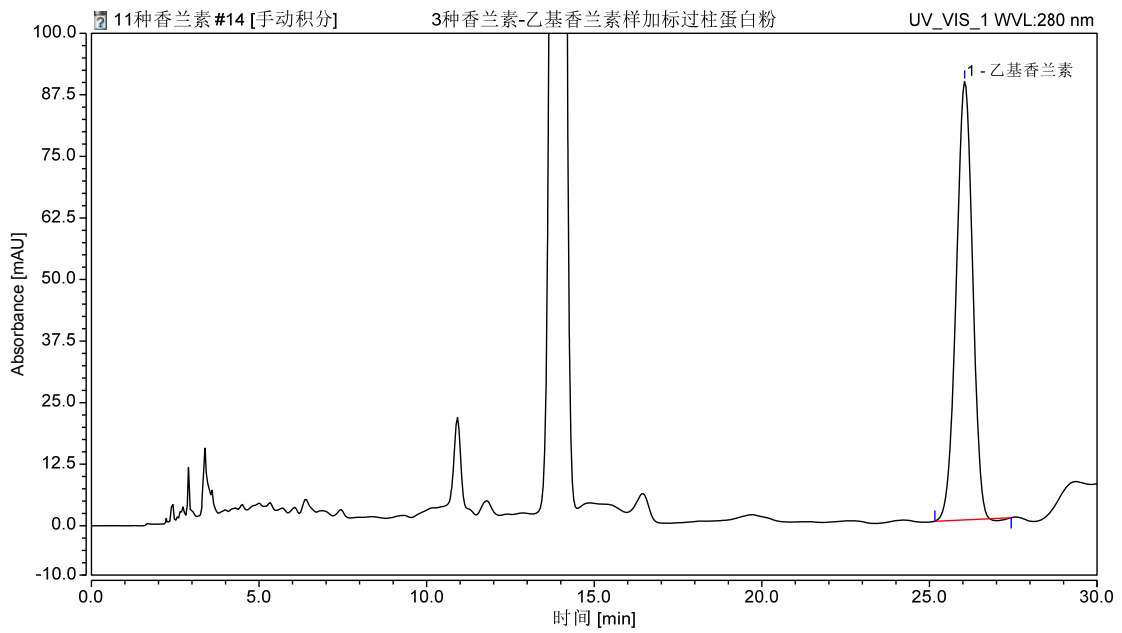


图 3、蛋白粉样加标 60mg/kg 图谱

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

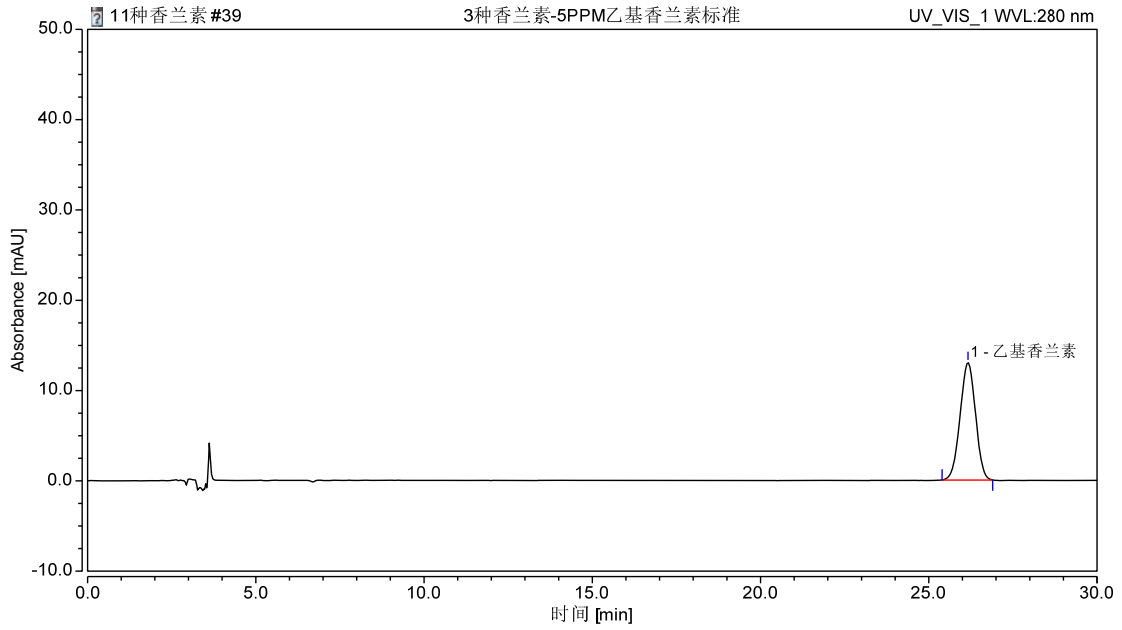


图 4、乙基香兰素对照 5mg/L 图谱

序号	峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰	拖尾因子	不对称	分离度	塔板数
					面积		度		
		min	mAU*min	mAU	%		(EP)	(EP)	(EP)
1	乙基香兰素	26.167	6.887	13.014	100.00	0.96	0.98	n.a.	15405

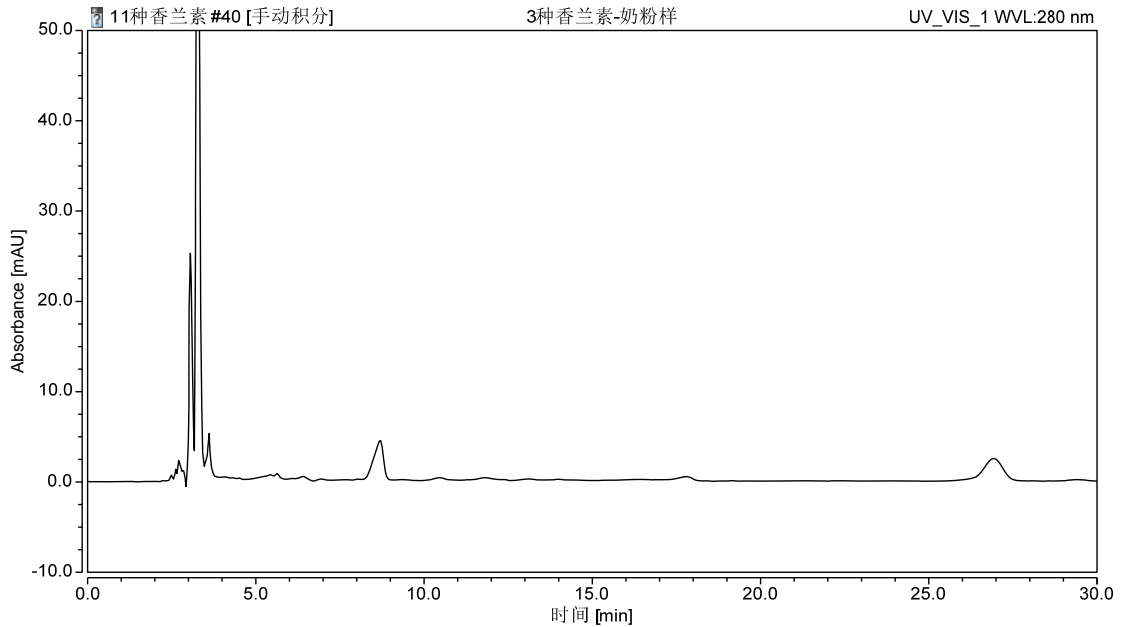


图 5、奶粉样图谱

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

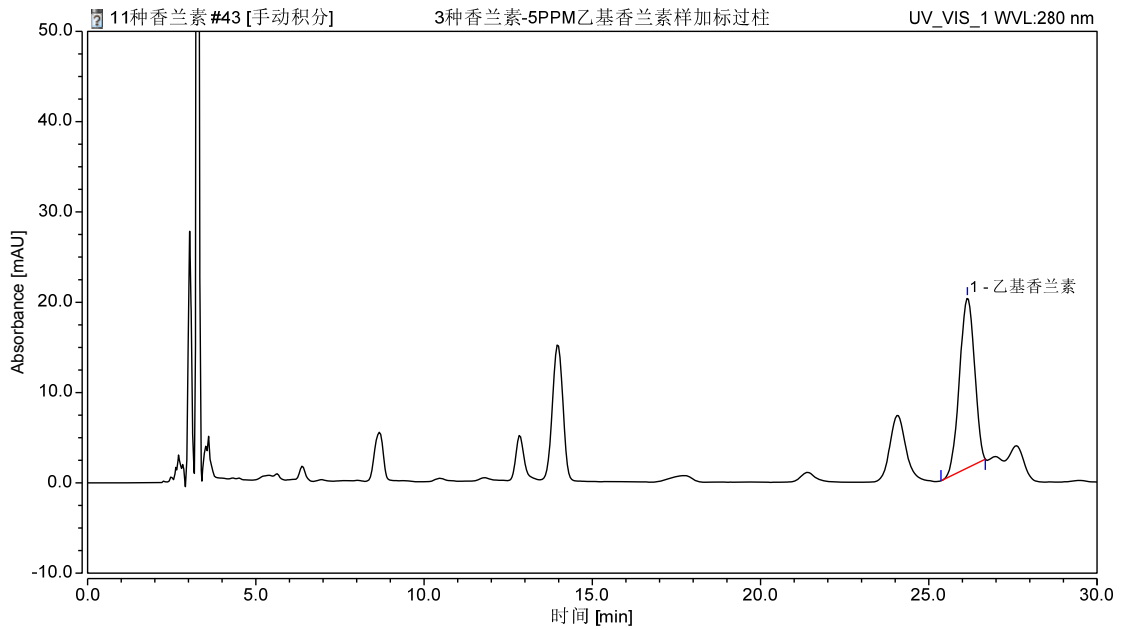


图 6、奶粉样加标 10mg/kg 图谱

表 2 乙基香兰素过 P-ASX 小柱样加标回收率

	名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% (n=2)
蛋白粉	乙基香兰素	60	102	4.58
奶粉	乙基香兰素	10	93	3.86

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

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

00101-21043	液相色谱柱	Ultimate® , XB-C184.6×250mm,5μm
GBW(E)100318	乙基香兰素	CAS: 121-32-4,100mg
00802-02101	针式滤器	进口 NY, 13mm*0.22μm, 100pk

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