

牛奶中苯甲酸检测的固相萃取方法 (Copure® MAX)

《GB/T 23495-2009 食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定 高效液相色谱法》

一、样品提取

准确称取牛奶 10 g 于 50 mL 离心管中，加入 0.25 mol/L 的亚铁氰化钾溶液 2 mL，摇匀，再加入 1 mol/L 的乙酸锌溶液 2 mL，摇匀，4000 r/min 离心 10 min。上清液待净化。

二、SPE 柱净化 (Copure® MAX, 60 mg/3 mL)

活化：MAX 固相萃取柱使用前用 3 mL 甲醇、3 mL 水活化。

上样和洗脱：在 MAX 固相萃取柱上加入 5 mL 备用样液，弃去流出液。用 3 mL 2% 氨水 - 水溶液、3 mL 甲醇淋洗，弃去淋洗液；抽干小柱；用 2 mL 5% 甲酸 - 甲醇溶液洗脱，收集洗脱液（整个上样、洗脱过程保持流速 1 mL/min）。

重新溶解：洗脱液过 0.45 μm 滤膜，上机测试。

三、仪器条件

设备：Waters Alliance 2695

色谱柱：XB-C18 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm)

检测器：Waters 2487 紫外检测器 检测波长：230 nm

流动相：A：乙腈 B：磷酸盐缓冲溶液（分别称取 2.5 g 磷酸二氢钾和磷酸氢二钾，加水溶解定容到 1000 mL）

洗脱方式：等度洗脱，A: B=10: 90

流速：1.0 mL/min 进样体积：20 μL

四、实验结果

表 1 25.0 mg/kg 牛奶中苯甲酸的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
苯甲酸	97.6	97.9	100.4	98.6	1.6

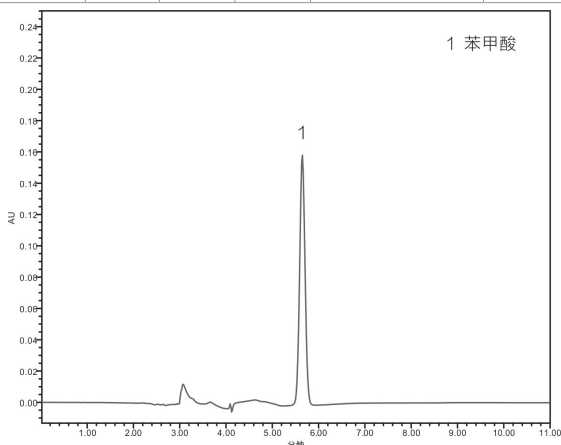


图 1 添加水平为 25.0 mg/kg 牛奶中苯甲酸检测的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COMAX360	Copure® MAX 固相萃取柱, 60 mg/3 mL	50 支 / 盒
SF250-45-PTFE	PTFE/Φ25 mm/0.45 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/Φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/Φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置, 玻璃缸体	1 个 / 盒