

饲料中苯甲酸检测的固相萃取方法 (Copure® MAX)

《NY/T 2297-2012 饲料中苯甲酸和山梨酸的测定 高效液相色谱法》

一、样品提取

准确称取饲料样品 2.0 g 于 50 mL 离心管中，加入 2% 氨水溶液 21 mL，超声提取 10 min，振荡提取 10 min，准确加入 0.25 mol/L 的亚铁氰化钾溶液 2 mL、1 mol/L 的乙酸锌溶液 2 mL，涡旋混匀。5000 r/min 离心 5 min，取上清液 5 mL 转移至 25 mL 容量瓶中，用 2% 氨水溶液定容至 25 mL，备用。

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 备用样品，弃去流出液；用 3 mL 2% 氨水溶液 (v/v)、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 饲料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	98.1	99.0	103.1	100.1	2.7

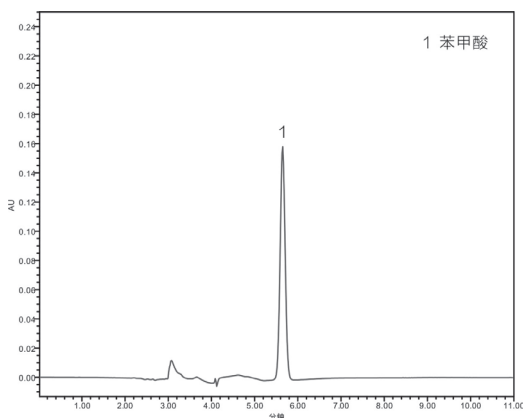


图 1 添加水平为 25.0 mg/kg 饲料中苯甲酸检测的液相色谱图

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, 玻璃虹体	1 个 / 盒