

食品中丙二醛的测定 GB 5009.181-2016

1、适用范围

适用于婴幼儿奶粉中丙二醛(1, 1, 3, 3-四乙氧基丙烷)的测定 (该实验选用基质为婴幼儿奶粉)

参考标准: 《GB 5009.181-2016 食品安全国家标准 食品中丙二醛的测定》

2、溶液的配制

- 1) 丙二醛标准储备液: 称取 100mg 标准品, 用水溶解并稀释至 10mL, 浓度为 10mg/mL, 作为丙二醛的储备液。
- 2) 丙二醛标准工作液: 称取 0.01mL 储备液, 用三氯乙酸混合溶液稀释至 10mL, 浓度为 0.01mg/mL, 作为丙二醛的工作液。
- 3) 三氯乙酸混合溶液: 37.50g 三氯乙酸及 0.5g 乙二胺四乙酸二钠用水溶解并定容至 500mL。
- 4) 0.02mol/L 硫代巴比妥酸水溶液: 称取 0.288g 硫代巴比妥酸用水溶解并定容至 100mL。
- 5) 0.01mol/L 乙酸铵溶液: 称取 0.77g 乙酸铵, 用水溶解并定容至 1L。

3、提取步骤

称取 5g 奶粉至 50mL 离心管中, 加 50° 的三氯乙酸混合溶液至 50mL, 振荡 1min, 加热超声 30min, 8000rpm 离心 5min, 用定量滤纸过滤, 备用。

4、衍生步骤

衍生: 准确移取 5mL 过滤液置于 15mL 玻璃离心管中, 加入 5mL 硫代巴比妥酸水溶液, 振荡, 置于 90° 水浴中反应 30min, 冷却至室温, 过 0.45 μ m 水膜供液相检测。

5、注意事项

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

1) 加标水平： 5g 样中加入 1mL 10 μ g/mL 标准工作液，定容至 10mL，因此加标水平为 2mg/kg，
最终机度数为 0.1mg/L。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C18 4.6 \times 150mm, 5 μ m

流动相：A-乙腈，B-0.01mol/L 乙酸铵（等度 A:B=30：70）

流速：1.000mL/min

柱温：25 $^{\circ}$ C

进样量：20 μ L

检测波长：532nm

7、色谱图或者加标回收率结果

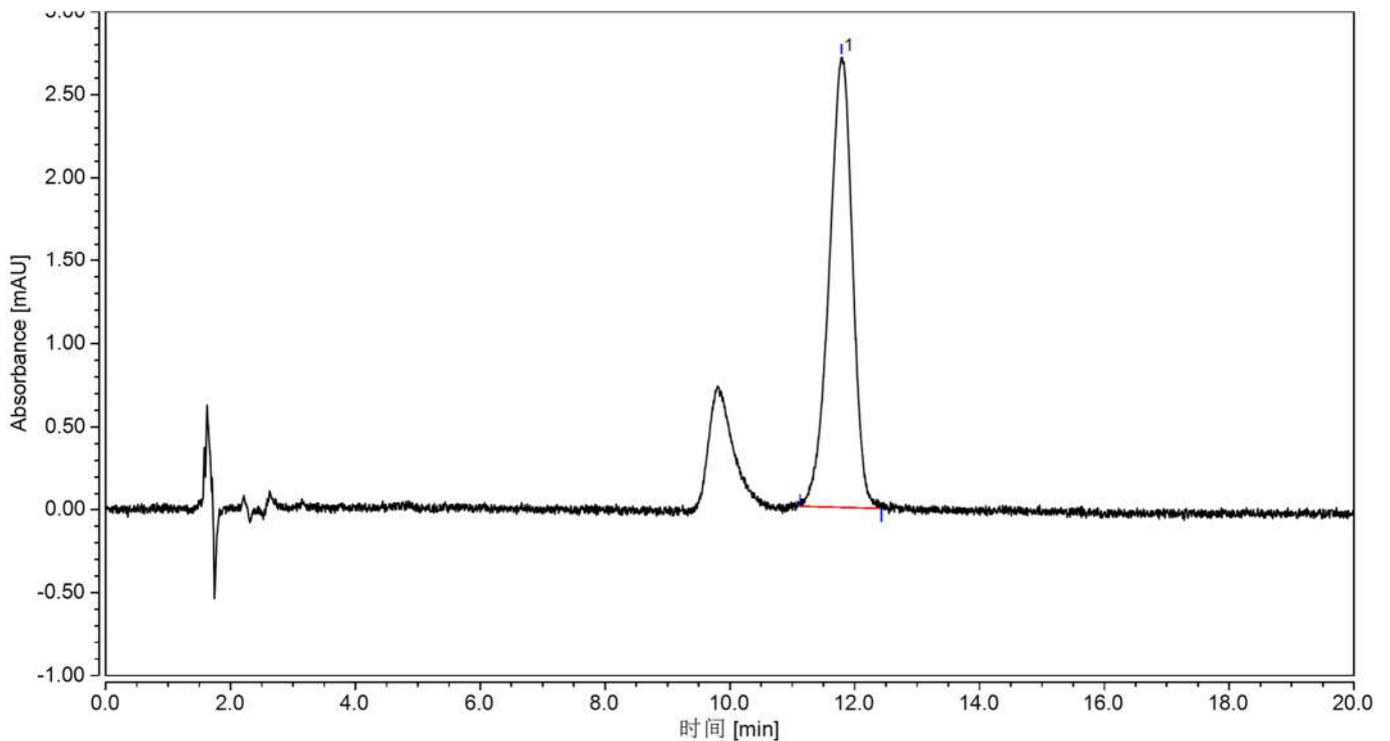


图 1.丙二醛 0.1mg/L 图谱

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

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	分离度	塔板数
	min	mAU*min	mAU	%		(EP)	(EP)
丙二醛	11.785	1.181	2.713	100.00	0.91	n.a.	4823

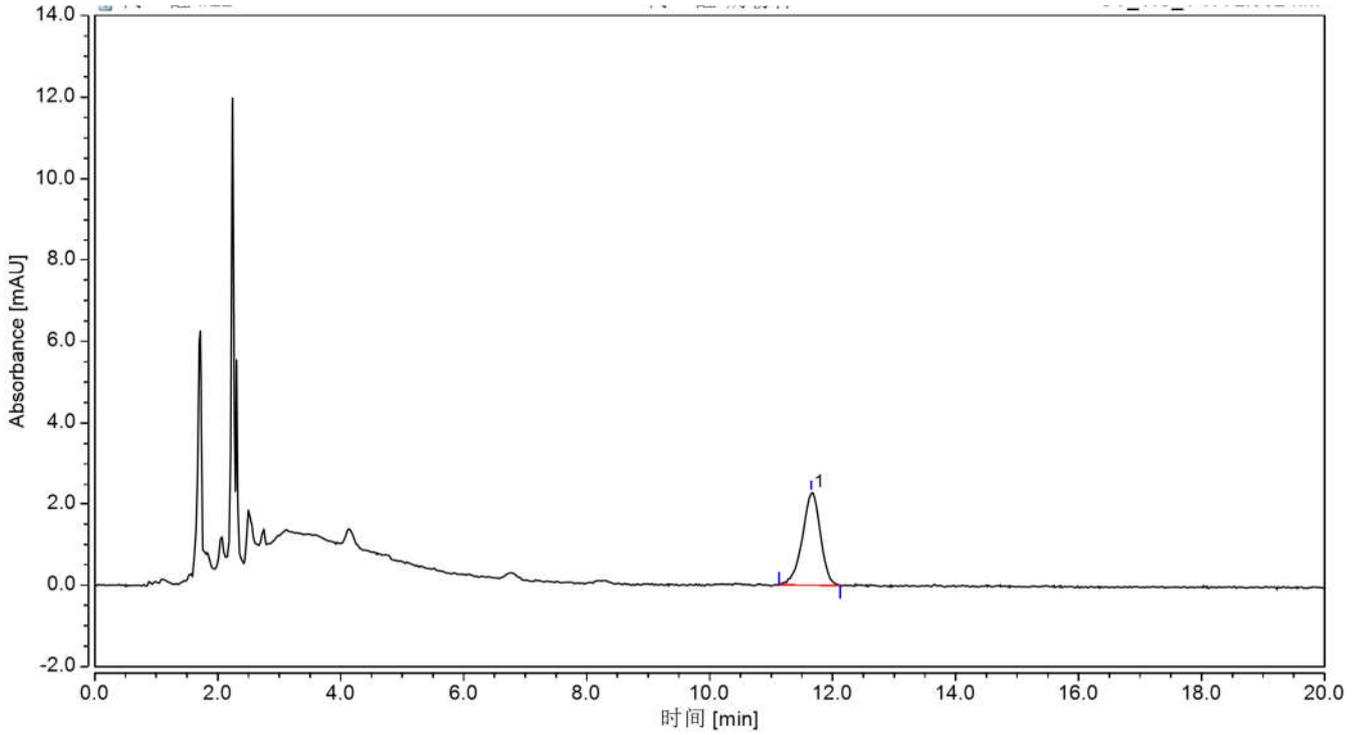


图 2. 婴幼儿奶粉空白图谱

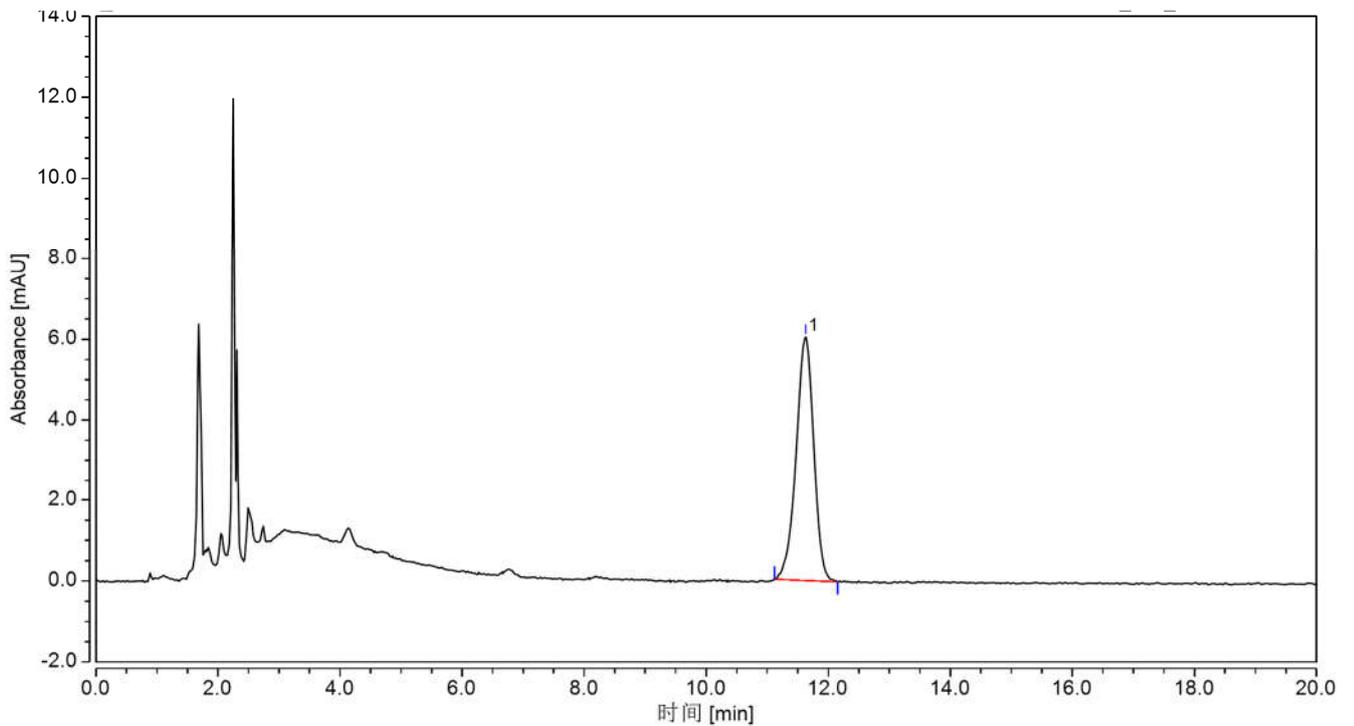


图 3. 婴幼儿奶粉样加标 2mg/kg 图谱

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 1.加标回收率表

名称	基质	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% (n=2)
丙二醛	婴幼儿奶粉	2	103.86	3.13

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管,平盖,锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌,50ml,50/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
00201-31041	液相色谱柱	Ultimate®XB-C18,4.6×150mm,5µm
00802-01202	针头式过滤器	进口 MCE, 13mm*0.45µm,100pk
	丙二醛(1,1,3,3-四乙氧基丙烷)	CAS:122-31-6

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