

小麦粉中三聚硫氰酸三钠盐的测定 BJS 202001

1、适用范围

适用于小麦粉中三聚硫氰酸三钠盐的测定（该实验选用基质为小麦粉）

参考标准：《BJS 202001 小麦粉中三聚硫氰酸三钠盐的测定》

2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液：称取三聚硫氰酸三钠盐标准品 5mg，用甲醇溶解并定容至 10mL，浓度为 500 μ g/mL。
- 2) 标准中间液：吸取 200 μ L 500ppm 的标准贮备液，用甲醇溶解并定容至 10mL，浓度为 10 μ g/mL。
- 3) 标准工作液：吸取 1mL 10ppm 的标准工作液，用甲醇溶解并定容至 10mL，浓度为 1 μ g/mL。

3、提取步骤

称取面粉试样 4g（精确至 0.001g）于 50mL 具塞离心管中，加入 20mL 甲醇，涡旋 3min，超声提取 10min，8000r/min 离心 2min，转移上清液至另一离心管中，残渣再加 20mL 甲醇重复提取一次，合并上清液，涡旋混匀后过 0.22 μ m 有机相滤膜，待测。

4、注意事项



1) 加标水平：4g 样中加入 0.16mL 1 μ g/mL 三聚硫氰酸三钠盐标准工作液，加入 40mL 甲醇提取，因此加标水平为 0.04mg/kg，最终机度数为 0.004mg/L。

5、色谱条件

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

流动相：A：20mmol/L KH₂PO₄ 缓冲溶液；B：甲醇；梯度洗脱

流速：1.000mL/min

柱温：35 $^{\circ}$ C

进样量：10 μ L

检测波长：296nm

表 1 流动相梯度洗脱程序

时间 (min)	A (%)	B (%)
0.1	70	30
5.0	70	30
5.1	30	70
9.0	30	70
9.1	70	30
15.0	70	30

6、色谱图或者加标回收率结果



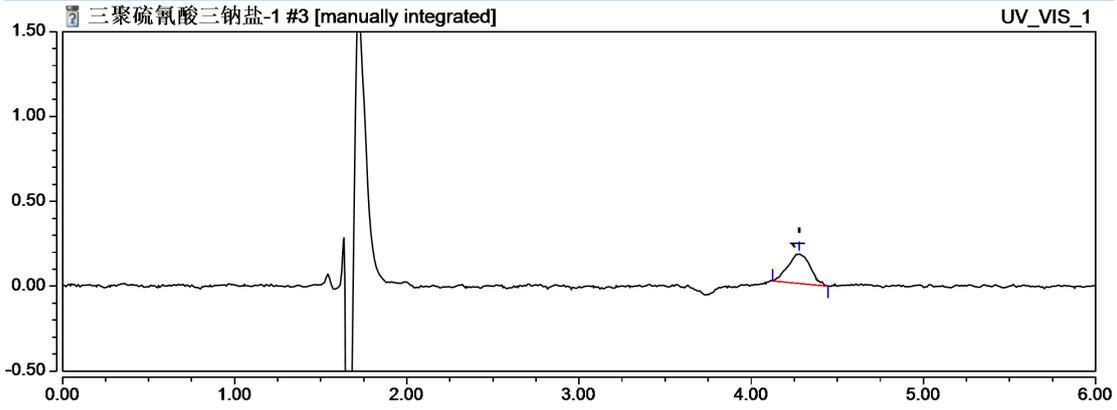


图 1、三聚硫氰酸三钠盐对照品 0.004 mg/L 图谱

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)
三聚硫氰酸三钠盐	4.278	0.0263	0.18	100	1.01	0	5147

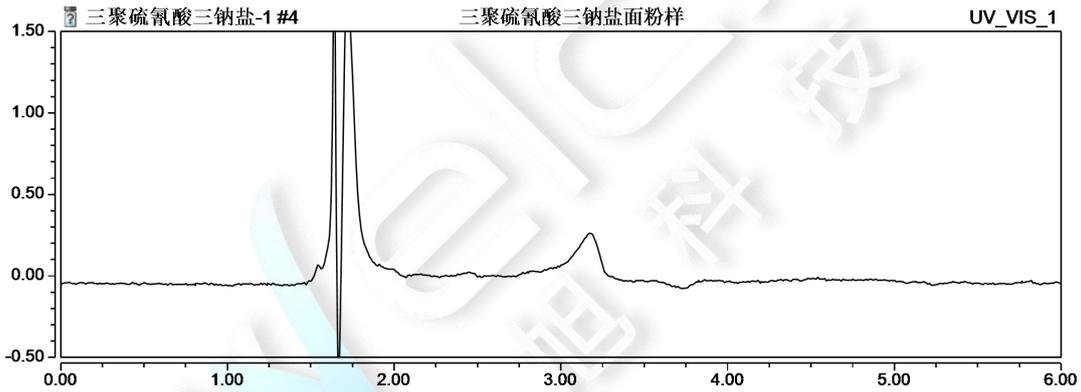


图 2、面粉样品空白图谱

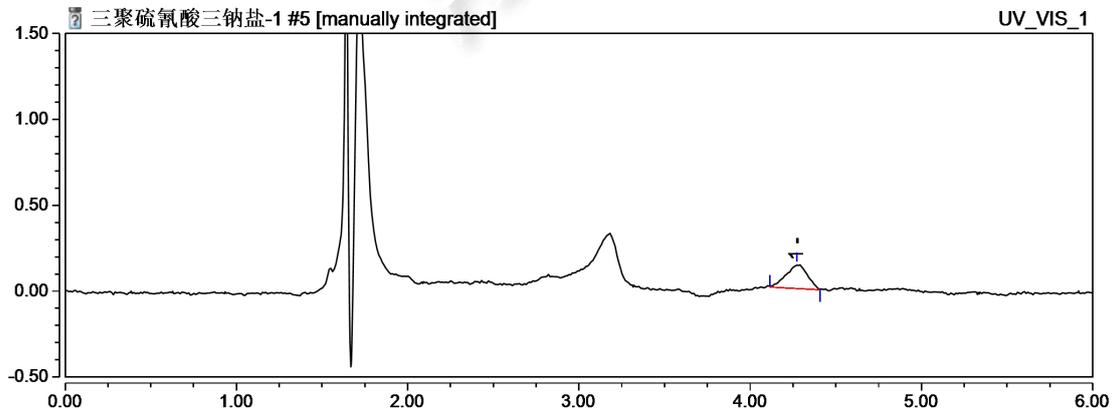


图 3、面粉样加标 0.04 mg/kg 图谱



表 2.加标回收率表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD %
三聚硫氰酸三钠盐	0.04	94	0.03

7、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
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
	三聚硫氰酸三钠盐标准品	CAS 号: 17766-26-2

