

牛奶中 1,2-丙二醇 Pure-WAX 实验报告

GLS-GC-0014

1. 实验分析

1.1 实验仪器及耗材

色谱柱: InertCap Pure-WAX 30m×0.25mm×0.25μm(P/N:1010-68142)

GL Filter针式过滤器(GLS0604 13mm×0.22μm Nylon)

GL Vial样品瓶(GLS0008 2mL透明瓶 带刻度+GLS0143 红膜白胶垫片)

2. 检测项目

2.1 仪器参考条件

色谱柱: 键合/交联聚乙二醇固定相石英毛细管色谱柱, 60m×0.25mm,0.25μm, 或相当色谱柱。

载气: 高纯氮; 恒流模式, 柱流速1.0mL/min。

程序升温: 柱初始温度80°C, 保持1min, 以20°C/min速率升温至160°C, 保持2min, 再以15°C/min速率升温至220°C, 保持10min。

进样口温度: 230°C; 检测器温度: 240°C。

氢气流量: 40mL/min; 空气流量: 350mL/min。

进样量: 1μL。

进样方式: 分流进样, 分流比10:1。

2.2 溶液配制

供试品溶液的制备: 准确称取混匀试样10g (精确到0.01g) 于50mL具塞比色皿中, 用无水乙醇定容, 涡旋混匀2min, 静置1h (必要时以8000r/min离心5min) 后用0.45μm有机相滤膜过滤, 所得滤液进气相色谱仪分析。(该前处理参照GB 5009.251-2016中5.1.4液体乳、植物蛋白饮料的制备)

1,2-丙二醇标准储备液 (10.0mg/mL) 的制备: 准确称取1,2-丙二醇标准样品1g (精确到0.0001g), 用无水乙醇溶解并转移至100mL容量瓶中, 定容至刻度, 此溶液1,2-丙二醇质量浓度为10.0mg/mL。贮存于4°C冰箱中, 有效期3个月。

1,2-丙二醇标准系列工作溶液: 准确吸取1,2-丙二醇标准储备液, 用无水乙醇逐级稀释, 配制成质量浓度为0.00μg/mL、2.00μg/mL、5.00μg/mL、10.00μg/mL、20.00μg/mL、50.00μg/mL的1,2-丙二醇标准系列溶液。临用时配制。

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

●上海总公司

地址: 上海市长宁区仙霞路319号

远东国际广场A座902-903室

电话: 021-62782272

●技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号

1号楼701室

电话: 021-64260228

●技尔成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号

百扬大厦2602室

电话: 028-85596177

●技尔广州办事处

地址: 广州市天河区天河北路233号

中信广场办公楼3217单元

电话: 400-089-1889

官网: www.glsciences.cn

服务热线: 400-089-1889

邮箱: contact@glscienc.com.cn

技尔(上海)官方网站 技尔(上海)官方微信公众号

2.3 精密度

在重复性条件下获得的两次测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

2.4 实验条件

色谱柱: InertCap Pure-WAX 30m×0.25mm×0.25μm(P/N:1010-68142)

进样口温度: 230°C

检测器温度: 240°C

进样模式: 分流进样

分流比: 10:1

进样量: 1μL

程序升温:

速度 (°C/min)	温度 (°C)	保持时间 (min)
/	80	1
20	160	2
15	220	10

仪器型号: GL Sciences GC-4000 Plus

检测器: FID

GL Sciences

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

●上海总公司

地址: 上海市长宁区仙霞路319号

远东国际广场A座902-903室

电话: 021-62782272

●技尔应用技术中心

地址: 上海市徐汇区桂林路418号

1号楼701室

电话: 021-64260228

●技尔成都分公司

地址: 成都市锦江区东御街18号

百扬大厦2602室

电话: 028-85596177

●技尔广州办事处

地址: 广州市天河区天河北路233号

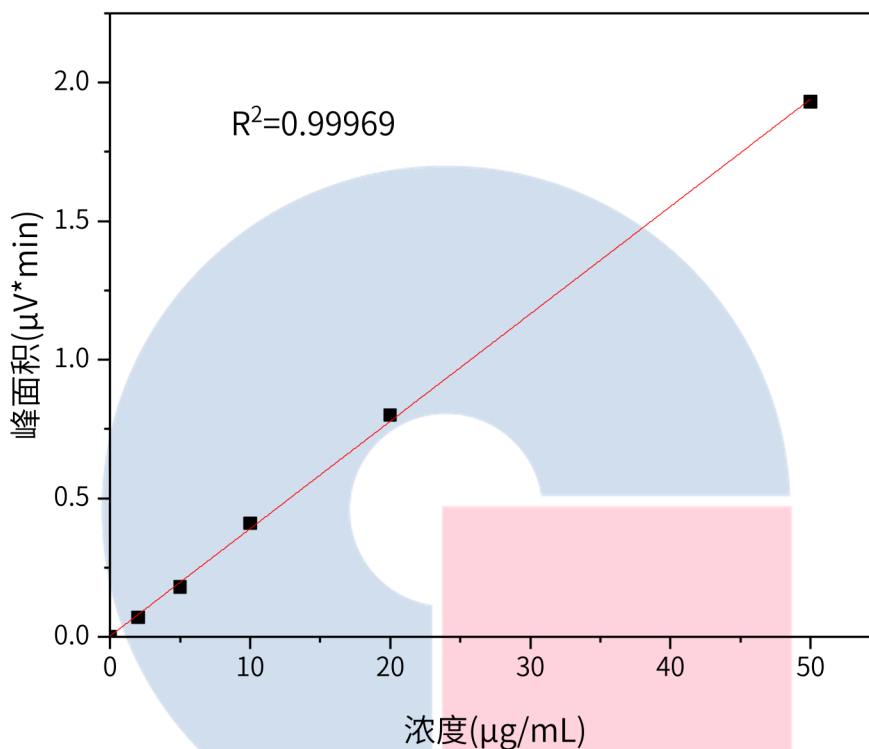
中信广场办公楼3217单元

电话: 400-089-1889



2.5 实验图谱

【分析结果】标准曲线



浓度 (μg/mL)	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry
0.00	/	/	/	/	/
2.00	5.99	0.07	2.87	389475	1.09
5.00	5.99	0.18	7.35	389906	1.05
10.00	5.99	0.41	16.45	381322	1.07
20.00	5.99	0.80	32.46	395267	1.00
50.00	6.00	1.93	78.46	385237	1.03

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

●上海总公司

地址:上海市长宁区仙霞路319号

远东国际广场A座902-903室

电话:021-62782272

●技尔应用技术中心

地址:上海市徐汇区桂林路418号

1号楼701室

电话:021-64260228

●技尔成都分公司

地址:成都市锦江区东御街18号

百扬大厦2602室

电话:028-85596177

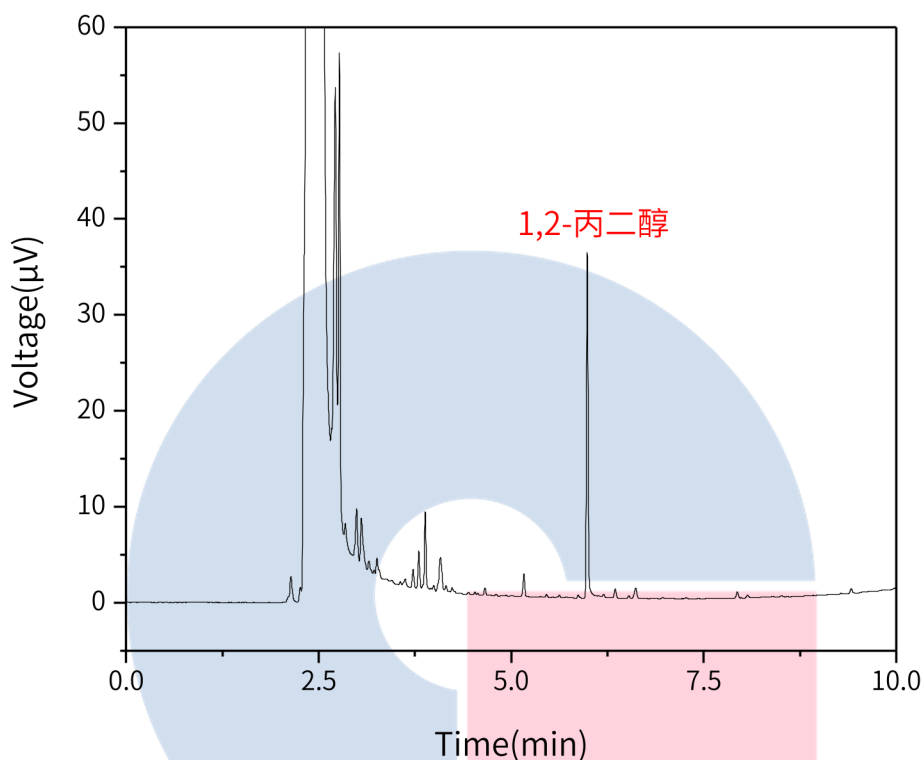
●技尔广州办事处

地址:广州市天河区天河北路233号

中信广场办公楼3217单元

电话:400-089-1889





Name	Rt/min	Area	Height	N	Result($\mu\text{g}/\text{mL}$)	Symmetry
1,2-丙二醇	5.99	0.91	35.96	385517	23.39	1.07

GL Sciences

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

●上海总公司

地址:上海市长宁区仙霞路319号

远东国际广场A座902-903室

电话:021-62782272

●技尔应用技术中心

地址:上海市徐汇区桂林路418号

1号楼701室

电话:021-64260228

●技尔成都分公司

地址:成都市锦江区东御街18号

百扬大厦2602室

电话:028-85596177

●技尔广州办事处

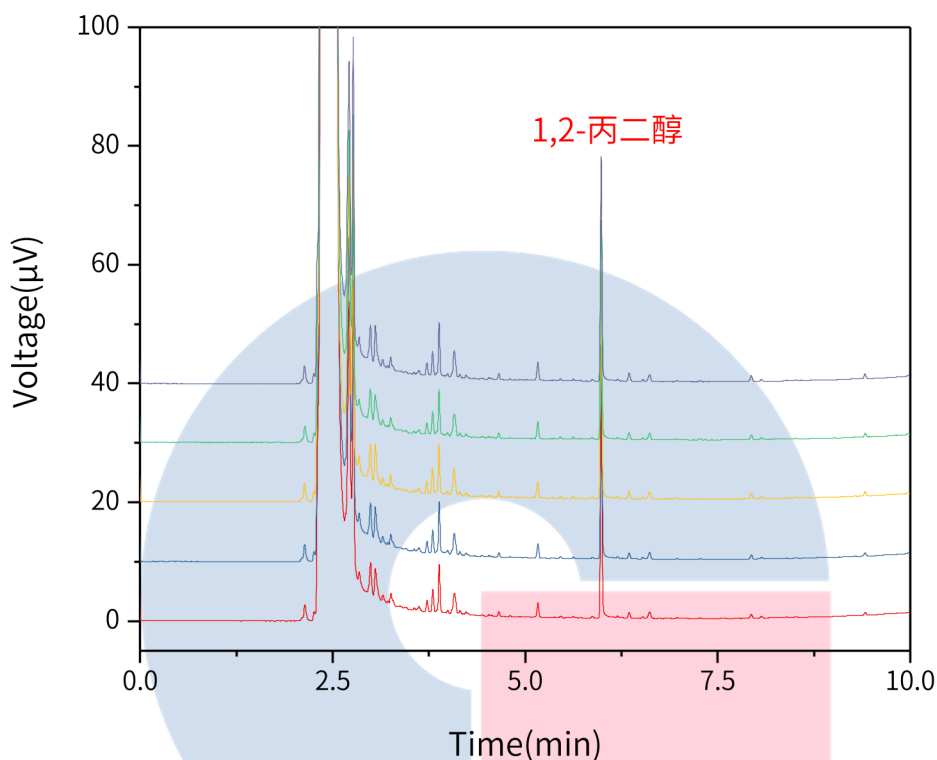
地址:广州市天河区天河北路233号

中信广场办公楼3217单元

电话:400-089-1889



技尔(上海)官方网站 技尔(上海)官方微信公众号



以1,2-丙二醇峰计:

No.	Rt/min	Area	Height	N	Symmetry	Result(µg/mL)	回收率
1	5.99	0.91	35.96	385517	1.07	23.39	93.56%
2	5.99	0.91	36.01	389497	1.03	23.44	93.76%
3	5.99	0.94	37.99	380753	1.02	24.25	97.00%
4	5.99	0.91	36.81	391788	1.02	23.40	93.60%
5	5.99	0.95	37.74	381304	1.03	24.35	97.40%

3. 结论

牛奶中1,2-丙二醇项目参考GB 5009.251-2016进行。实验中,标准曲线 R^2 为0.99969,满足常规定量分析需求,加标回收实验中5次数据重现性良好,回收率偏差在10%以内,理论板数皆大于350000。故InertCap Pure-WAX 30m×0.25mm×0.25µm(P/N: 1010-68142)能满足GB 5009.251-2016对牛奶中1,2-丙二醇的分析需求。

技尔(上海)商贸有限公司

GL Sciences (Shanghai) Ltd.

●上海总公司

地址:上海市长宁区仙霞路319号

远东国际广场A座902-903室

电话:021-62782272

●技尔应用技术中心

地址:上海市徐汇区桂林路418号

1号楼701室

电话:021-64260228

●技尔成都分公司

地址:成都市锦江区东御街18号

百扬大厦2602室

电话:028-85596177

●技尔广州办事处

地址:广州市天河区天河北路233号

中信广场办公楼3217单元

电话:400-089-1889

