

牛奶中硫氰酸盐的测定

1.引言

硫氰酸盐主要形式为硫氰酸钠，广泛存在于动植物中，比如十字花科的植物，动物的血液和唾液等。同时硫氰酸钠也是牛奶中过氧化物酶抗菌体系（LPS）的主要成份之一。LPS包括乳过氧化物酶、硫氰酸钠和过氧化氢，通过相互作用，可抑制和杀灭多种微生物，同时还可以对鲜奶进行保鲜。关于硫氰酸钠对人类健康的风险主要是对甲状腺碘和乳腺对碘输送的抑制作用，但目前并没有相关的病例和研究。

GB2760-2007《食品添加剂卫生标准》明确规定食品中不得添加硫氰酸钠，同时规定食品中硫氰酸钠的含量不得超过10 mg/Kg，本文介绍离子色谱法检测牛奶中的硫氰酸盐，SCN⁻最低检出限为0.1 mg/L，灵敏度高完全达到国家要求标准且具有预处理简单、简单快捷等优点。

2.实验

2.1 仪器和设备

离子色谱仪（IC1820,上海舜宇恒平科学仪器有限公司）；
万分之一分析天平（AE224,上海舜宇恒平科学仪器有限公司）；
超声波清洗器；
离心机：不低于 5000 r/min
C18 小柱、0.22 um 针头过滤器等预处理小柱
常规的实验室仪器

2.2 试剂

碳酸钠（优级纯）、碳酸氢钠（优级纯）
硫氰酸钠（优级纯）、乙腈（色谱纯）

2.3 离子色谱测定条件

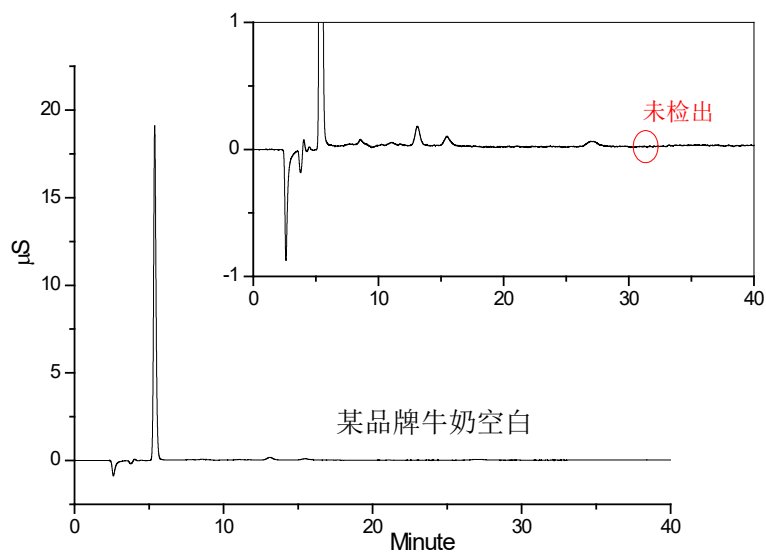
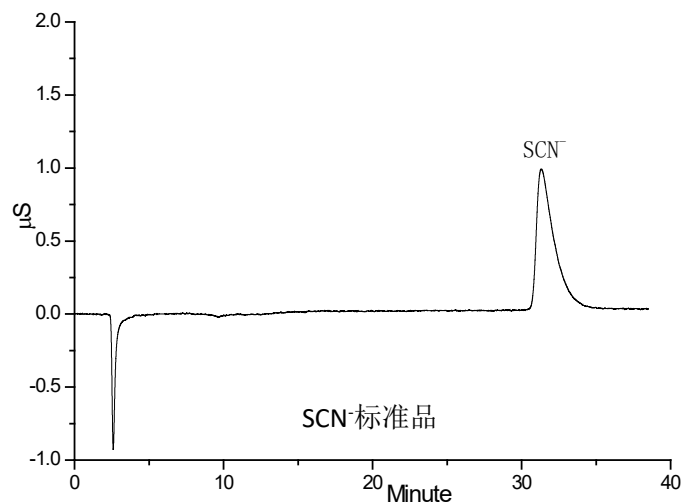
色谱柱：阴离子色谱柱，Shodex IC SI-90 4E
流动相：1.8 mM Na₂CO₃ + 1.7 mM NaHCO₃ aq.
流 速：1.0 mL/min
检测器：抑制型电导检测器（温度，40 °C）
抑制器电流：60 mA
柱 温：25 °C
进样量：25 μL

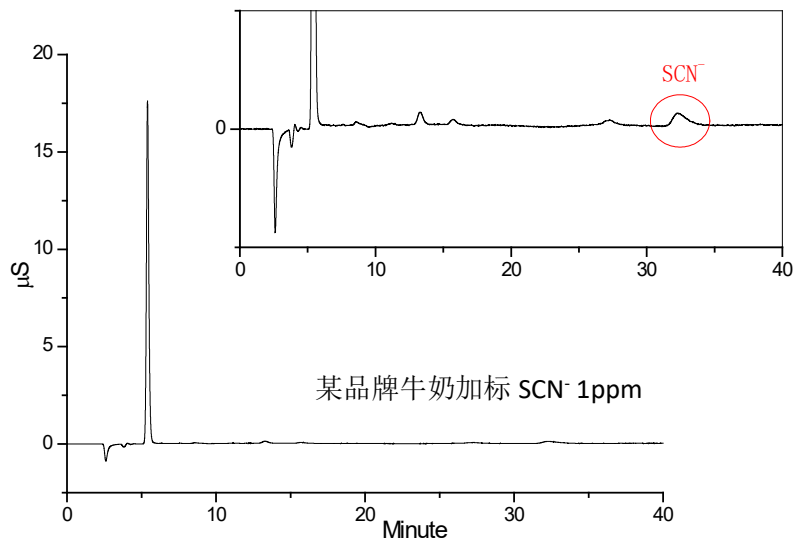
2.4 样品预处理

称取牛奶试样 10 g（精确到 0.001 g）放入 50 mL 容量瓶，用乙腈定容，超声 10 min 保持固相完全分散。然后于 5000 r/min 离心 20 min，上清液备用。

取上述上清液 1 mL 定容至 10 mL，依次过 0.22 μm 针头过滤膜、C18 柱，弃去前 3 mL（如果样品中氯离子含量过高的话，则需要依次过针头过滤膜、C18 柱、Ag 柱）收集后面洗脱液进离子色谱仪检测。

2.5 样品谱图





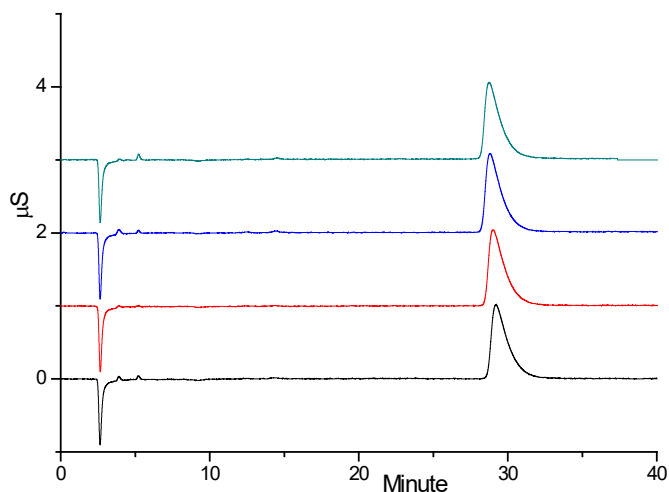
2.6 检测方法

吸取预处理好的牛奶试样进离子色谱测定，以时间定性，峰面积定量。

配置至少五个浓度点的 SCN^- 标准溶液，按照浓度由低到高的顺序依次进离子色谱测定，以时间浓度为横坐标，峰面积为纵坐标建立标准曲线。

2.7 重复性

下图为 10 ppm SCN^- 标准溶液连续四次进样所得的重复性



2.8 加标回收

为了验证本方法的准确性，我们对试样进行了加标回收率测定。向试样中加标 1 ppm SCN^- 标准溶液，测得其加标回收率为 96.3%。

3.讨论与结论

以乙腈作为破乳剂，高速震荡、离心，上清液经超纯水稀释后，过 0.22 μm 过滤膜和 C18 柱，溶液过配有电导检测器的离子色谱测定，外标法定量。

离子色谱法配置 Shodex IC SI-90 4E 色谱柱检测牛奶中的硫氰酸盐，预处理简单，准确度高且具有一次进样可测多种离子的优势。

注：Shodex 是株式会社力森诺科的注册商标