



目录

(GB 5009.84-2016) 婴幼儿配方奶粉中维生素 B1 应用简介	2
(GB 5009.85-2016) 婴幼儿配方奶粉中维生素 B2 的测定	6
(GB 5009.154-2016) 婴幼儿配方奶粉中维生素 B6 的测定	9
婴幼儿配方奶粉中烟酸和烟酰胺的测定	12
婴幼儿乳品中肌醇的测定	15
(GB 5009.169-2016) 婴幼儿配方奶粉中牛磺酸的测定	18
婴幼儿配方奶粉中维生素 K1 的测定	21
婴幼儿乳品中维生素 A、D、E 的测定	23
(GB21703-2010) 婴幼儿乳品中苯甲酸和山梨酸的测定	26
婴幼儿乳品中脂肪酸的测定	28
(GB/T 17817-2010、GB/T 17818-2010、GB/T 17812-2008) 饲料中 18 种氨基酸的测定 (柱前衍生 HPLC 法)	32
乳制品中 L-羟脯氨酸的测定方法学验证---异硫氰酸苯酯(PITC)法	40
(GB 28314-2012) 天然辣椒素与二氢辣椒素的测定	47
蜂蜜中糖类物质的分析方法	50
食用油中的角鲨烯的测定 气相色谱质谱法	55

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

(GB 5009.84-2016) 婴幼儿配方奶粉中维生素 B1 应用简介

案例来源：博纳艾杰尔；应用编号：AF10010

应用简介

摘要：本实验以 GB 5009.84-2016 第一法为依据，用 Venusil XBP C18(2) 色谱柱对婴幼儿配方奶粉中的维生素 B1 进行了测试。样品在稀盐酸介质中恒温水解、中和再酶解，水解液用碱性铁氰化钾溶液衍生，正丁醇萃取后，经 Venusil XBP C18(2) 色谱柱分离，高效液相-荧光检测器检测，外标法进行定量。结果表明，Venusil XBP C18(2)(5 μm, 100 Å, 4.6 × 250 mm) 检测维生素 B1 保留时间稳定且峰形良好，能够满足检测要求。

前言

维生素 B1 又称硫胺素或抗神经炎维生素或抗脚气病维生素，由嘧啶环和噻唑环通过亚甲基结合而成的一种 B 族维生素。维生素 B1 主要存在于种子的外皮和胚芽中，如米糠和麸皮中含量很丰富，在酵母菌中含量也极丰富。瘦肉、白菜和芹菜中含量也较丰富。所用的维生素 B1 都是化学合成的产品。在体内，维生素 B1 以辅酶形式参与糖的分解代谢，有保护神经系统的作用；还能促进肠胃蠕动，增加食欲。维生素 B1 缺乏时，可引起多种神经炎症，如脚气病。维生素 B1 缺乏所引起的多发性神经炎，患者的周围神经末梢有发炎和退化现象，并伴有四肢麻木、肌肉萎缩、心力衰竭、下肢水肿等症状。在现代医学上，维生素 B1 制剂治疗脚气病和多种神经炎症有显著疗效。

仪器、试剂与材料

主要仪器设备

高效液相色谱仪-荧光检测器

试剂材料

正丁醇、铁氰化钾、氢氧化钠、盐酸、乙酸钠、氯化钙均为分析纯；

冰乙酸、甲醇为色谱纯

维生素 B1 标准品（纯度 99%）：盐酸硫胺素，CAS 67-03-8；

木瓜蛋白酶：应不含维生素 B1，酶活力 ≥ 800 U（活力单位）/mg；

淀粉酶：应不含维生素 B1，酶活力 ≥ 3700 U/g；

20 g/L 铁氰化钾溶液：称取 2 g 铁氰化钾，用水溶解并定容至 100 mL，摇匀；

100 g/L 氢氧化钠溶液：称取 25 g 氢氧化钠，用水溶解并定容至 250 mL，摇匀；

碱性铁氰化钾溶液：将 5 mL 上述铁氰化钾溶液与 200 mL 上述氢氧化钠溶液混合，摇匀；

0.1 mol/L 盐酸溶液：移取 8.5 mL 盐酸，加水稀释至 1000 mL，摇匀；

0.01 mol/L 盐酸溶液：量取 0.1 mol/L 盐酸溶液 50 mL，用水稀释并定容至 500 mL，摇匀；

0.05 mol/L 乙酸钠溶液：称取 6.08 g 乙酸钠，加 900 mL 水溶解，用冰乙酸调节 pH 为 4.0 ~ 5.0 之间，加水定容至 1000 mL，经 0.45 μm 微孔滤膜过滤后使用；

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



2.0 mol/L 乙酸钠溶液：称取 27.2 g 乙酸钠，用水溶解并定容至 100 mL，摇匀；

混合酶溶液：称取 1.76 g 木瓜蛋白酶、1.27 g 淀粉酶，加水定容至 50 mL，涡旋，使呈混悬状液体，冷藏保存。

样品制备

样品提取

称取 3 g~5 g 固体试样或者 10 g~20 g 液体试样于 100 mL 锥形瓶中（带有软质塞子），加 60 mL 0.1 mol/L 盐酸溶液，充分摇匀，塞上软质塞子，高压灭菌锅中 121°C 保持 30 min。水解结束待冷却至 40°C 取出，轻摇数次，用 2.0 mol/L 乙酸钠溶液调节 pH 至 4.0 左右，加入 2 mL（可根据酶活力不同适当调整用量）混合酶溶液，摇匀后，置于培养箱中 37°C 过夜（约 16 h），将酶解液全部转移至 100 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀，离心或者过滤，取上清液备用。

样品衍生化

准确移取上述上清液或者滤液 2 mL 于 10 mL 试管中，加入 1 mL 碱性铁氰化钾溶液，涡旋混匀后，准确加入 2 mL 正丁醇，再次涡旋混匀 1.5 min 后静置约 10 min 或者离心，待充分分层后，吸取正丁醇相（上层）经 0.45 μm 微孔滤膜过滤，取滤液于 2 mL 棕色进样瓶中，待检测。若样品中维生素 B1 浓度超出线性范围的最高浓度值，应取上清液稀释适宜倍数后，重新衍生后进样。

实验条件

液相条件

色谱柱：Venusil® XBP C18(2) 5 μm, 4.6 × 250 mm, 100 Å

流动相：0.05 mol/L 乙酸钠溶液：甲醇 = 65 : 35

荧光检测器检测波长：激发波长 375 nm，发射波长 435 nm

流速：1.0 mL/min；进样量：10 μL

结果与讨论

实验结果

经图 1、图 2 可知，采用 Venusil XBP C18(2) 色谱柱检测婴幼儿配方奶粉中的维生素 B1，峰形良好，保留时间稳定，能够满足实验要求。

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

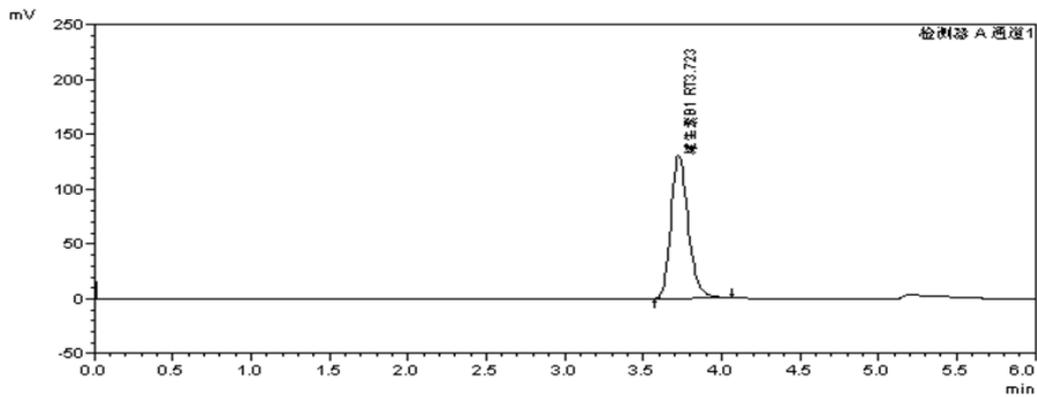


图 1 维生素 B1 标准溶液

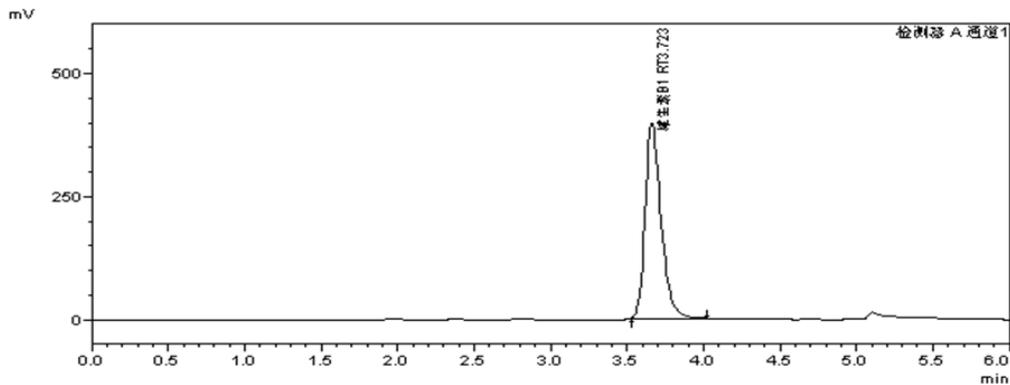


图 2 婴幼儿配方奶粉中的维生素 B1

结论

本实验依据 GB 5009.84-2016 第一法，用 Venusil XBP C18(2) ($5\ \mu\text{m}$, $100\ \text{\AA}$, $4.6 \times 250\ \text{mm}$) 检测婴幼儿配方奶粉中的维生素 B1，并结合液相色谱-荧光检测器对样品进行了检测，结果维生素 B1 保留时间稳定，峰形良好，说明 Venusil XBP C18(2) ($5\ \mu\text{m}$, $100\ \text{\AA}$, $4.6 \times 250\ \text{mm}$) 能够用于婴幼儿配方奶粉中维生素 B1 的检测。

注意事项

按照国标法进行样品前处理时回收率较低，可采用先热超声提取，再经过酸沉淀蛋白后直接衍生化的方法加以改善。热超声时要注意温度的控制，以防止维生素 B1 遭到破坏。因维生素 B1 为强极性化合物实验中应注意流动相比例的确定，且流动相的 pH 对出峰时间影响较大，因此在每次开始实验前，要调节流动相 pH 值到相同的值。

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST1504	维生素 B1	Thiamine chloride	59-43-8

附：相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
VX952505-2	Venusil XBP C18 (2)	4.6 × 250 mm, 5μm, 100 Å	1 支
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 × 11.6 mm	100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫 45°Shore A; 1.0 mm	100/pk
AM025045	微孔滤膜	尼龙, 50 mm, 0.45 μm	100 片

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

(GB 5009.85-2016) 婴幼儿配方奶粉中维生素 B2 的测定

案例来源: 博纳艾杰尔; 应用编号: AF10011

应用简介

摘要: 本实验以 GB 5009.85-2016 第一法为依据, 用 Venusil XBP C18(2) 色谱柱对婴幼儿配方奶粉中的维生素 B2 进行了测试。样品在稀盐酸介质中恒温水解、中和再酶解, 经 Venusil XBP C18(2) 色谱柱分离, 高效液相-荧光检测器检测, 外标法进行定量。结果表明, Venusil XBP C18(2)(5 μm , 100 \AA , 4.6 \times 150 mm) 检测维生素 B2 保留时间稳定且峰形良好, 能够满足检测要求。

前言

维生素 B2 又叫核黄素, 为体内黄酶类辅基的组成部分(黄酶在生物氧化还原中发挥递氢作用), 当缺乏时, 就影响机体的生物氧化, 使代谢发生障碍。其病变多表现为口、眼和外生殖器部位的炎症, 如口角炎、唇炎、舌炎、眼结膜炎和阴囊炎等, 故本品可用于上述疾病的防治。体内维生素 B2 的储存是很有限的, 因此每天都要由饮食提供。维生素 B2 是水溶性维生素, 容易消化和吸收, 被排出的量随体内的需要以及可能随蛋白质的流失程度而有所增减: 它不会蓄积在体内, 所以时常要以食物或营养补品来补充。广泛存在于酵母、肝、肾、蛋、奶、大豆等中。

实验部分

仪器、试剂与材料

主要仪器设备

高效液相色谱仪-荧光检测器

试剂材料

冰乙酸、甲醇、盐酸均为色谱纯;

氢氧化钠、三水合乙酸钠为分析纯;

维生素 B2 标准品(纯度 98%);

木瓜蛋白酶: 酶活力 ≥ 10 U/mg;

高峰淀粉酶: 酶活力 ≥ 100 U/mg;

1 mol/L 氢氧化钠溶液: 称取 4 g 氢氧化钠, 加 90 mL 水溶解, 冷却后定容至 100 mL;

0.1 mol/L 盐酸溶液: 移取 8.5 mL 盐酸, 加水稀释至 1000 mL, 摇匀;

0.05 mol/L 乙酸钠溶液: 称取 6.08 g 乙酸钠, 加 900 mL 水溶解, 用冰乙酸调节 pH 为 4.0 ~ 5.0 之间, 加水定容至 1000 mL;

0.1 mol/L 乙酸钠溶液: 称取 13.60 g 乙酸钠, 用水溶解并定容至 1000 mL;

混合酶溶液: 称取 2.345 g 木瓜蛋白酶、1.175 g 高峰淀粉酶, 加水溶解后定容至 50 mL。

样品制备

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



称取 2 ~ 10 g 混匀后的试样（试样中的维生素 B2 的含量大于 5 μg ）于 100 mL 具塞锥形瓶中，加入 60 mL 的 0.1 mol/L 盐酸溶液，充分摇匀，塞好瓶塞。将锥形瓶放入高压灭菌锅内，在 121°C 下保持 30 min，冷却至室温后取出。用 1 mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 至 6.0 ~ 6.5，加入 2 mL 混合酶溶液，摇匀后置于 37°C 培养箱或者恒温水浴锅中过夜酶解。将酶解液转移至 100 mL 容量瓶中，加水定容至刻度，用滤纸过滤或离心，取滤液或上清液，过 0.45 μm 水相滤膜作为待测液。

实验条件

液相条件

色谱柱：Venusil®XBP C18(2) 5 μm ，4.6 \times 150mm，100 \AA

流动相：0.05 mol/L 乙酸钠溶液：甲醇 = 65：35

荧光检测器检测波长：激发波长 462 nm，发射波长 522 nm

流速：1.0 mL/min；进样量：10 μL 。

结果与讨论

实验结果

经图 1、图 2 可知，采用 Venusil XBP C18(2) 色谱柱检测婴幼儿配方奶粉中的维生素 B2，峰形良好，保留时间稳定，能够满足实验要求。

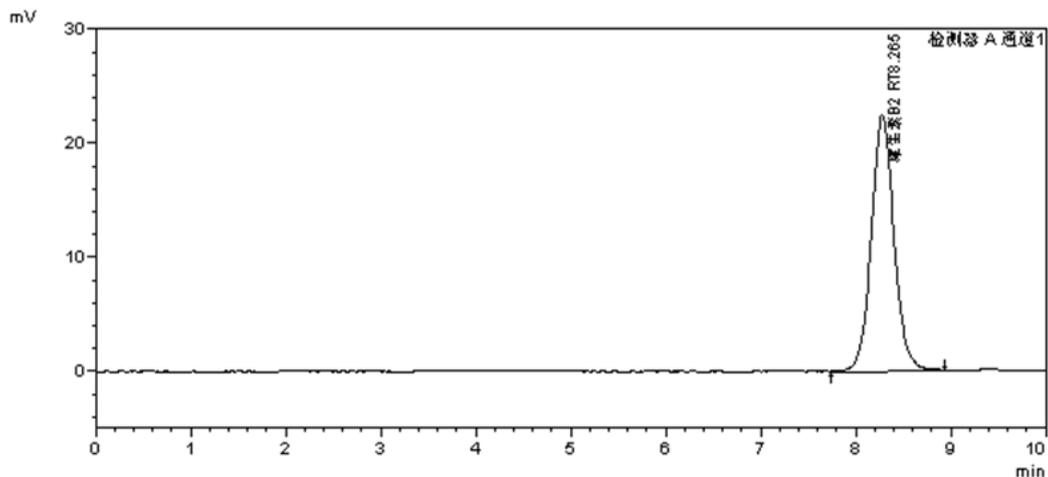


图 1 维生素 B2 标准溶液

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

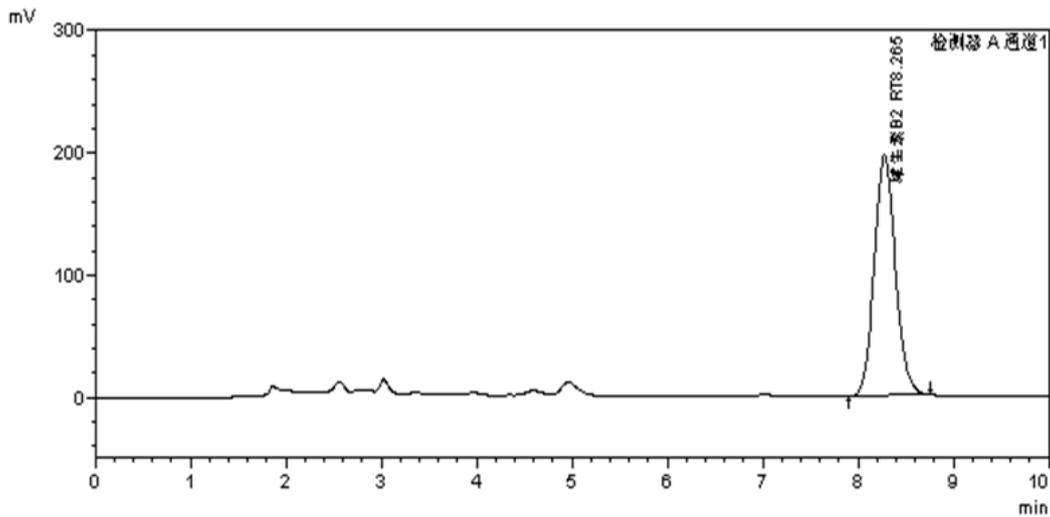


图 2 婴幼儿配方奶粉中的维生素 B2

结论

本实验依据 GB 5009.85-2016 第一法，用 Venusil XBP C18(2) (5 μm, 100 Å, 4.6 × 150 mm) 检测婴幼儿配方奶粉中的维生素 B2，并结合液相色谱-荧光检测器对样品进行了检测，结果维生素 B2 保留时间稳定，峰形良好，而且试样中杂质与维生素 B2 分离度良好，说明 Venusil XBP C18(2) (5 μm, 100 Å, 4.6 × 150 mm) 色谱柱能够用于婴幼儿配方奶粉中维生素 B2 的检测。

注意事项

可以在避光的条件下，用直接酸解法除去样品中的蛋白质。这种方法操作比较简单，耗时短，成本也比较低。

相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST1505	维生素 B2	Riboflavin	83-88-5

附：相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
VX951505-2	Venusil XBP C18 (2)	4.6 × 150 mm, 5 μm, 100 Å	1 支
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 × 11.6 mm	100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖，红色橡胶/米色 PTFE 隔垫 45°Shore A; 1.0 mm	100/pk
AM015045	微孔滤膜	水系，50 mm, 0.45 μm	100 片

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

(GB 5009.154-2016) 婴幼儿配方奶粉中维生素 B6 的测定

案例来源：博纳艾杰尔；应用编号：AF10012

前言

维生素 B6 (Vitamin B6) 又称吡哆素，其包括吡哆醇、吡哆醛及吡哆胺，在体内以磷酸酯的形式存在，是一种水溶性维生素。维生素 B6 在酵母菌、肝脏、谷粒、肉、鱼、蛋、豆类及花生中含量较多。维生素 B6 为人体内某些辅酶的组成成分，参与多种代谢反应，尤其是和氨基酸代谢有密切关系。临床上应用维生素 B6 制剂防治妊娠呕吐和放射病呕吐。

实验部分

仪器、试剂与材料

主要仪器设备

高效液相色谱仪-荧光检测器

试剂材料

冰乙酸、盐酸、三乙胺、甲醇均为色谱纯；

辛烷磺酸钠、氢氧化钠为分析纯

维生素 B6 标准品 (纯度 99%)；

淀粉酶：应不含维生素 B1，酶活力 ≥ 1.5 U/mg；

5 mol/L 氢氧化钠溶液：称取 20 g 氢氧化钠，用水溶解并定容至 100 mL，摇匀；

0.1 mol/L 氢氧化钠溶液：称取 0.4 g 氢氧化钠，加水溶解并定容至 100 mL，摇匀；

0.1 mol/L 盐酸溶液：移取 8.5 mL 盐酸，加水稀释至 1000 mL，摇匀；

5 mol/L 盐酸溶液：量取 45 mL 盐酸，用水稀释并定容至 100 mL，摇匀。

样品制备

称取混合均匀的固体试样约 5 g 于 150 mL 锥形瓶中，加入约 25 mL 45°C~50°C 的水，混匀。

静置 5 min~10 min，冷却至室温。待用。

待测液制备

用盐酸溶液调节上述待用液的 pH 至 1.7 ± 0.1 ，放置约 1 min。再用氢氧化钠溶液调节试样溶液的 pH 至 4.5 ± 0.1 。把上述锥形瓶放入超声振荡器中，超声振荡约 10 min，将试样溶液转移至 50 mL 容量瓶中，用水冲洗锥形瓶，洗液合并于 50 mL 容量瓶中，用水定容至 50 mL。

领取 50 mL 锥形瓶，上面放入漏斗和滤纸，把定容后的试样溶液倒入其中，自然过滤。滤液经 0.45 μm 微孔滤膜过滤，转移 1 mL 滤液至样品瓶，待检测。

实验条件

液相条件

色谱柱：Venusil® XBP C18(2) 5 μm , 4.6 \times 150 mm, 100 Å；

保护柱：C18 5 μm , 4.6 \times 10 mm；

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



流动相：甲醇 50 mL，辛烷磺酸钠 2.0 g，三乙胺 2.5 mL，水定容至 1000 mL，冰乙酸调 pH 为 3.0 ± 0.1 ；

荧光检测器检测波长：激发波长 293 nm，发射波长 395 nm；

流速：1.0 mL/min；进样量：10 μ L。

结果与讨论

实验结果

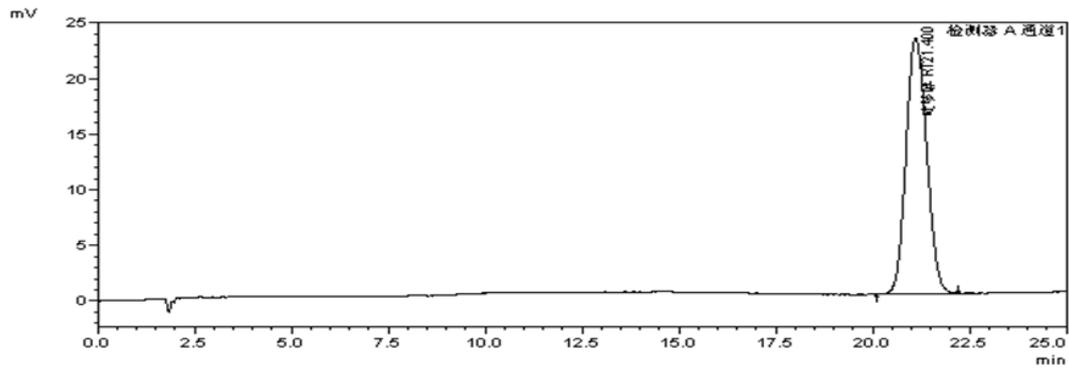


图 1 维生素 B6 标准溶液

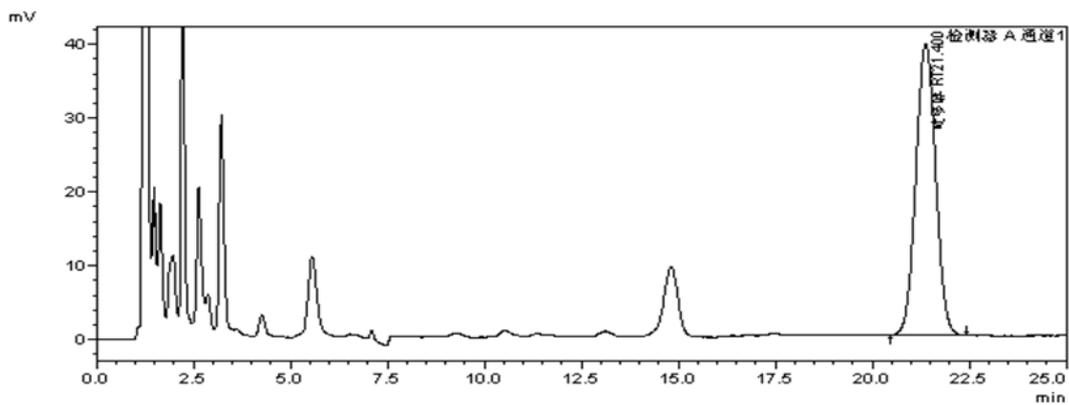


图 2 婴幼儿配方奶粉中的维生素 B6

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

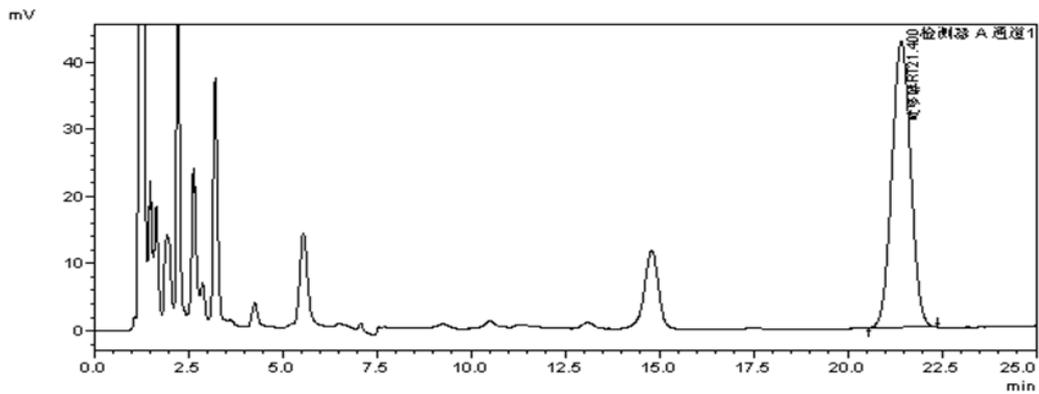


图 3 婴幼儿配方奶粉中的维生素 B6

相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST1507	维生素 B6	Vitamin B6	65-23-6

附：相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
VX952505-2	Venusil XBP C18 (2)	4.6 × 250 mm, 5 μm, 100 Å	1 支
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 × 11.6 mm	100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫 45°Shore A; 1.0 mm	100/pk
AM025045	微孔滤膜	尼龙, 50 mm, 0.45 μm	100 片

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

婴幼儿配方奶粉中烟酸和烟酰胺的测定

案例来源：博纳艾杰尔；应用编号：AF10013

前言

烟酸也称作维生素 B3，或维生素 PP，又名尼克酸、抗癞皮病因子。在人体内还包括其衍生物烟酰胺或尼克酰胺。它是人体必需的 13 种维生素之一，是一种水溶性维生素，属于维生素 B 族。烟酸在人体内转化为烟酰胺，烟酰胺是辅酶 I 和辅酶 II 的组成部分，参与体内脂质代谢，组织呼吸的氧化过程和糖类无氧分解的过程。烟酸临床用于治疗头痛、偏头痛、耳鸣、内耳眩晕症等，亦可用作血扩张药，大量用作食品饲料的添加剂。若其缺乏时，可产生糙皮病，表现为皮炎、舌炎、口咽、腹泻及烦躁、失眠感觉异常等症状。烟酸是少数存在于食物中相对稳定的维生素，即使经烹调及储存亦不会大量流失而影响其效力。

实验部分

仪器、试剂与材料

主要仪器设备

高效液相色谱仪-紫外检测器

试剂材料

盐酸、高氯酸、甲醇、异丙醇均为色谱纯；

庚烷磺酸钠、氢氧化钠为分析纯

烟酸及烟酰胺标准品（纯度 99%）；

5 mol/L 氢氧化钠溶液：称取 20 g 氢氧化钠，用水溶解并定容至 100 mL，摇匀；

0.1 mol/L 氢氧化钠溶液：称取 0.4 g 氢氧化钠，加水溶解并定容至 100 mL，摇匀；

0.1 mol/L 盐酸溶液：移取 8.5 mL 盐酸，加水稀释至 1000 mL，摇匀；

5 mol/L 盐酸溶液：量取 45 mL 盐酸，用水稀释并定容至 100 mL，摇匀。

样品制备

称取混合均匀的样品约 5 g 置于 150 mL 锥形瓶中，加入约 25 mL 45°C ~ 50°C 的水，超声振荡 10 min 以上使样品充分溶解，静置 5 min ~ 10 min，并冷却至室温。用 5 mol/L 盐酸溶液和 0.1 mol/L 盐酸溶液调节试样溶液的 pH 至 1.7±0.1，放置约 2 min 后，再用 5 mol/L 氢氧化钠溶液和 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液调节试样溶液的 pH 至 4.5±0.1，置于 50°C 水浴超声振荡 10 min 以上充分提取，冷却至室温后转至 100 mL 容量瓶中，用水反复冲洗锥形瓶，洗液合并于 100 mL 容量瓶中，用水定容至刻度后混匀，经滤纸过滤。滤液再经 0.45 μm 微孔滤膜加压过滤，用样品瓶收集，即为测定液。

实验条件

液相条件

色谱柱：Venusil® XBP C18(2) 5 μm, 4.6 × 250 mm, 100 Å；

保护柱：C18 5 μm, 4.6 × 10 mm；

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



流动相：甲醇 70 mL，异丙醇 20 mL，庚烷磺酸钠 1 g，用 910 mL 水溶解并混匀后，用高氯酸调 pH 至 2.1 ± 0.1 ，经 $0.45 \mu\text{m}$ 微孔滤膜过滤；

紫外检测器检测波长：261 nm；

流速：1.0 mL/min；进样量：10 μL 。

结果与讨论

实验结果

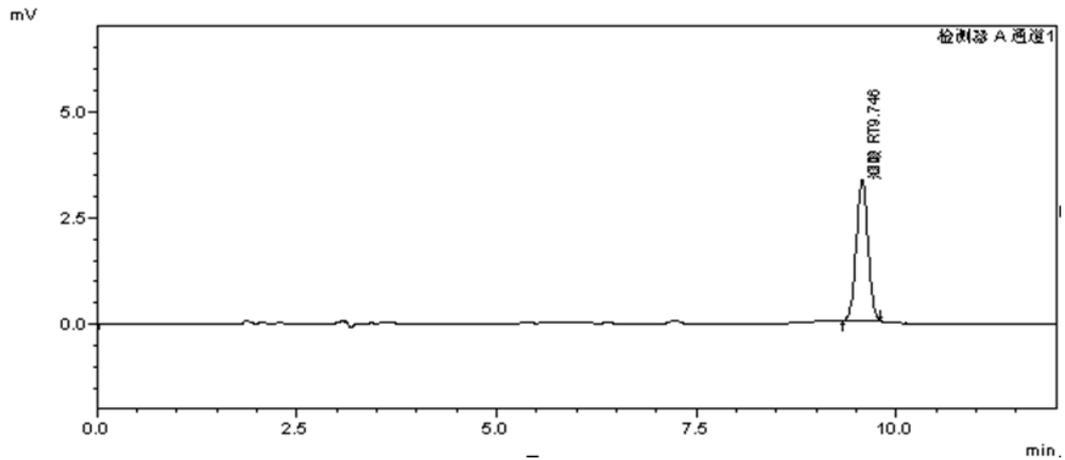


图 1 烟酸标准品溶液

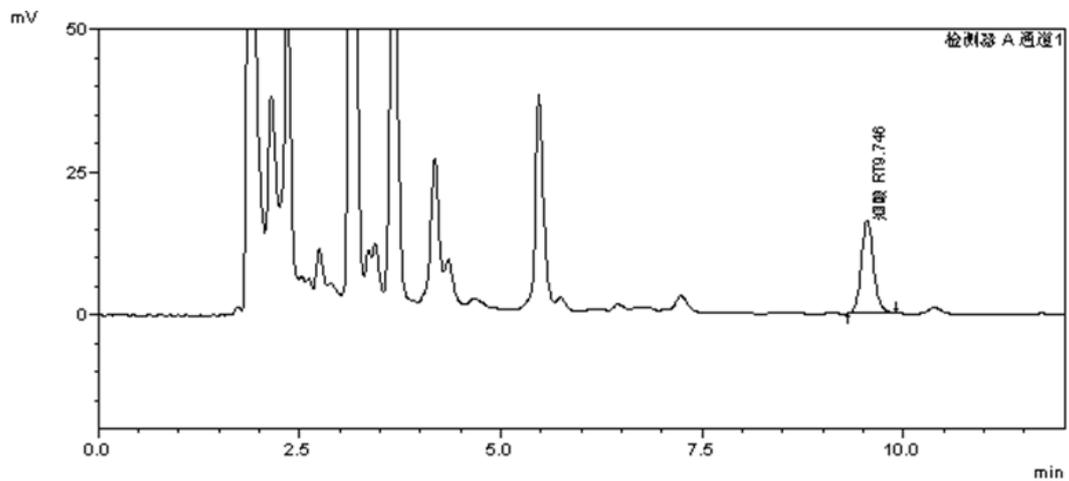


图 2 婴幼儿配方奶粉中的烟酸

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

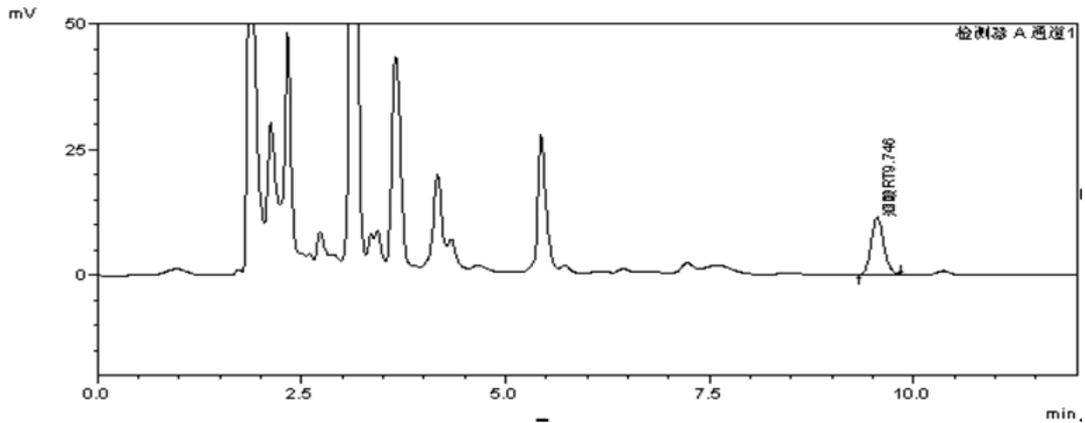


图3 婴幼儿配方奶粉中的烟酸

注意事项

离子浓度对实验结果有一定的影响，乳粉本身的离子又比较复杂，所以对实验中的离子试剂，在不影响实验结果的前提下，要尽量降低使用量。烟酸对热稳定，可以在加热条件下超声提取，能够增加提取的效率。

相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST1506	烟酰胺	Niacinamide	98-92-0
1ST1518	烟酸（维生素 B3）	VitamineB3	59-67-6

附：相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
VX952505-2	Venusil XBP C18 (2)	4.6 × 250 mm, 5 μm, 100 Å	1 支
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 × 11.6 mm	100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫 45°Shore A; 1.0 mm	100/pk
AM025045	微孔滤膜	尼龙, 50 mm, 0.45 μm	100 片

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

婴幼儿乳品中肌醇的测定

案例来源：博纳艾杰尔；应用编号：AF10015

前言

肌醇，中文别名：肌糖；环己六醇；纤维醇（肌糖）。肌醇广泛分布在动物和植物体内，是动物、微生物的生长因子。最早从心肌和肝脏中分离得到。主要用于治疗肝硬变、肝炎、脂肪肝、血中胆固醇过高等症。肌醇是广泛存在于食物中的一种物质，结构类似于葡萄糖。在动物细胞中，它主要以磷脂的形式出现，有时则称为肌醇磷脂。在谷物中则常与磷酸结合形成六磷酸酯即植酸，而植酸能与钙、铁、锌结合成不溶性化合物，干扰人体对这些化合物的吸收。但大豆中的肌醇则为游离状态。肌醇是一种“生物活素”，参与体内的新陈代谢活动，具有免疫、预防和治疗某些疾病等多种作用，在发酵和食品工业中，可用于多种菌种的培养和促进酵母的增长等、高等动物若缺乏肌醇，将会出现生长停滞和毛发脱落等现象，人体每天对肌醇的需求量是 1 - 2g，许多保健饮料和儿童食品都加有微量肌醇。

实验部分

仪器、试剂与材料

主要仪器设备

气相色谱仪-氢火焰离子化检测器

试剂材料

无水乙醇、正己烷均为色谱纯；

三甲基氯硅烷、六甲基二硅胺烷、N,N-二甲基甲酰胺为分析纯

肌醇标准品（纯度 99%）；

95%乙醇溶液：量取 95 mL 无水乙醇，用水定容至 100 mL，摇匀；

硅烷化试剂：分别吸取体积比为 1：2 的三甲基氯硅烷和六甲基二硅胺烷，超声混匀。现用现配。

注：N,N-二甲基甲酰胺、三甲基氯硅烷和六甲基二硅胺烷必须保证当三者混合后无白色浑浊现象时方可使用。

样品制备

称取已研磨混合均匀的样品 1 g 于 50 mL 容量瓶中，加入 12 mL 40°C 温水溶解试样，超声提取 10 min，用 95% 乙醇溶液定容至刻度，混匀。静置 20 min 后，取 10 mL 置于 15 mL 离心管中，以不低于 4000 r/min 离心 5 min。取上清液 5 mL 于鸡心瓶中，向鸡心瓶中加入 10 mL 无水乙醇，在 80°C 旋转蒸发至近干时再加入 5 mL 无水乙醇继续浓缩至干，将鸡心瓶转移至烘箱中 100°C±5°C 烘干 1 h。加入 10 mL N,N-二甲基甲酰胺，超声溶解 5 min 并转移至 50 mL 离心管中，加入硅烷化试剂 3 mL 并放于 80°C±5°C 水浴中衍生反应 75 min，其间每隔 20 min 取出振荡一次。然后取出冷却至室温，加入 5 mL 正己烷，振荡混合后静置分层。取上层液 3 mL 于预先加少许无水硫酸钠的离心管中，振荡后以不低于 4000 r/min 离心，

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



此为试样测定液。

实验条件

气相条件

气相色谱柱：DA-50+ 50%苯基-甲基聚硅氧烷色谱柱 60 m × 0.25 mm × 0.25 μm

进样口温度：280℃；检测器温度：300℃

分流比：10 : 1；进样量：1.0 μL。

升温程序见表 1

表 1 升温程序

升温速率 (°C/min)	温度 (°C)	持续时间 (min)
初始温度	120	0
10	190	50
10	220	3

结果与讨论

实验结果

经图 1 可知，使用 DA-50+ 50%苯基-甲基聚硅氧烷色谱柱检测婴幼儿乳品中的肌醇，分离度良好，且峰形良好，能够满足检测要求。

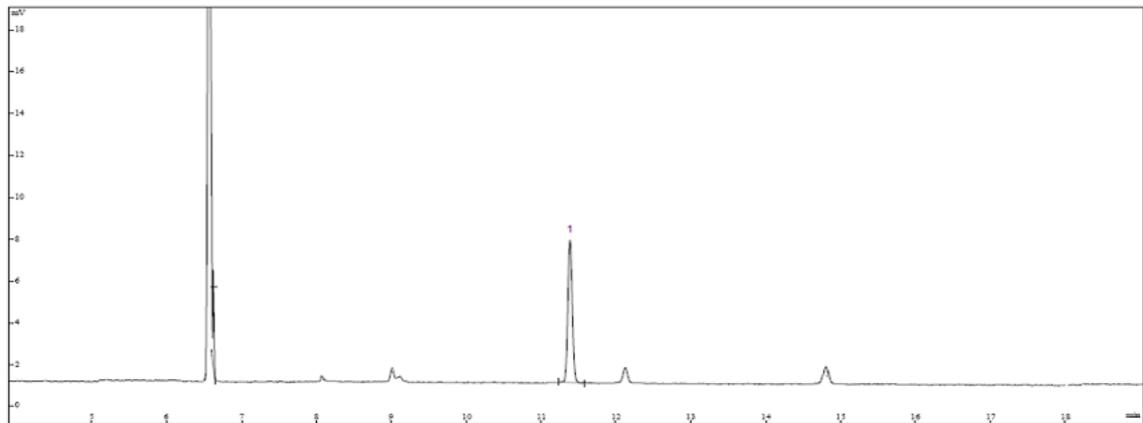


图 1 婴幼儿乳品中的肌醇（色谱峰 1）

结论

本实验依据 GB 5009.270-2016 第二法，用 DA-50+ 50%苯基-甲基聚硅氧烷色谱柱检测婴幼儿乳品中的肌醇，并结合气相色谱-氢火焰离子化检测器对样品进行了检测，结果分离度良好，且肌醇峰形良好，说明 DA-50+ 50%苯基-甲基聚硅氧烷色谱柱能够用于婴幼儿乳品中肌醇的检测。

注意事项

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

试液提取过程中，蒸干时要确保没有残留的水分，否则会影响下一步的衍生；衍生过程中要严格控制反应时间及反应温度，其对实验结果影响较大。

相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST1545	肌醇	Inositol	87-89-8

附：相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
5025-6002	DA-50+ 50% 苯基-甲基聚硅氧烷色谱柱	60 m × 0.25 mm × 0.25 μm	1 支
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 × 11.6 mm	100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖，红色橡胶/米色 PTFE 隔垫 45°Shore A; 1.0 mm	100/pk

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

(GB 5009.169-2016)婴幼儿配方奶粉中牛磺酸的测定

案例来源：博纳艾杰尔；应用编号：AF10016

前言

牛磺酸（Taurine）又称β-氨基乙磺酸，最早由牛黄中分离出来，故得名。牛磺酸在体内以游离状态存在，不参与体内蛋白的生物合成。牛磺酸虽然不参与蛋白质合成，但它却与胱氨酸、半胱氨酸的代谢密切相关。人体合成牛磺酸的半胱氨酸亚硫酸羧酶（CSAD）活性较低，主要依靠摄取食物中的牛磺酸来满足机体需要。牛磺酸在脑内的含量丰富、分布广泛，能明显促进神经系统的生长发育和细胞增殖、分化，且呈剂量依赖性，在脑神经细胞发育过程中起重要作用。研究表明：早产儿脑中的牛磺酸含量明显低于足月儿，这是因为早产儿体内的半胱氨酸亚磺酸脱氢酶（CSAD）尚未发育成熟，合成牛磺酸不足以满足机体的需要，需由母乳补充。母乳中的牛磺酸含量较高，尤其初乳中含量更高。如果补充不足，将会使幼儿生长发育缓慢、智力发育迟缓。

实验部分

仪器、试剂与材料

主要仪器设备

高效液相色谱仪-紫外检测器

试剂材料

乙腈、盐酸、冰乙酸、丹磺酰氯（5-二甲氨基萘-1-磺酰氯）均为色谱纯；

无水碳酸钠、乙酸钠、盐酸甲胺（甲胺盐酸盐）为分析纯；

牛磺酸标准品（纯度 99%）；

1 mol/L 盐酸溶液：吸取 9 mL 盐酸，用水稀释并定容至 100 mL；

80 mmol/L 碳酸钠缓冲液：称取 0.424 g 无水碳酸钠，加 40 mL 水溶解，用 1 mol/L 盐酸溶液调节 pH 至 9.5，用水定容至 50 mL；

丹磺酰氯溶液：称取 0.15 g 丹磺酰氯，用乙腈溶解并定容至 100 mL；

盐酸甲胺溶液：称取 2 g 盐酸甲胺，用水溶解并定容至 100 mL；

10 mmol/L 乙酸钠缓冲液：称取 0.82 g 乙酸钠，加 800 mL 水溶解，用冰乙酸调节 pH 至 4.2，用水定容至 1000 mL，经 0.45 μm 微孔滤膜过滤；

沉淀剂 1：称取 15 g 亚铁氰化钾，用水溶解并定容至 100 mL；

沉淀剂 2：称取 30 g 乙酸锌，用水溶解并定容至 100 mL。

样品制备

样品提取

称取 5~40 g 试样于锥形瓶中，加入 40°C 温水 20 mL，充分混匀，超声提取 10 min，冷却到室温。加 1 mL 沉淀剂 1，涡旋混合，1 mL 沉淀剂 2，涡旋混合，转入 100 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，充分混匀，样液于 5000 r/min 离心 10 min，取上清液备用。上清液在

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



4°C暗处保存放置 24 h 内稳定。

样品衍生化

准确吸取 1 mL 上述上清液到 10 mL 具塞玻璃试管中，加入 1 mL 碳酸铵缓冲液，1 mL 丹磺酰氯溶液，充分混合，室温避光衍生反应（1 h 后需摇晃 1 次），加入 0.1 mL 盐酸甲胺溶液涡旋混合，以终止反应，避光静置至沉淀完全。取上清液经 0.45 μm 微孔滤膜过滤，取滤液备用。衍生物在 4°C 下可避光保存 48 h。

实验条件

液相条件

液相色谱柱：Venusil® XBP C18(2) 5 μm, 4.6 × 250 mm, 100 Å;

流动相：10 mM 乙酸钠缓冲溶液（pH 为 4.2）：乙腈=70：30（V/V）;

波长：254 nm；流速：1.0 mL/min；进样量：20 μL。

结果与讨论

实验结果

经图 1、图 2 可知，采用 Venusil XBP C18(2) 色谱柱检测婴幼儿配方奶粉中的牛磺酸，峰形良好，保留时间稳定，且与杂质的分离度良好，能够满足检测要求。

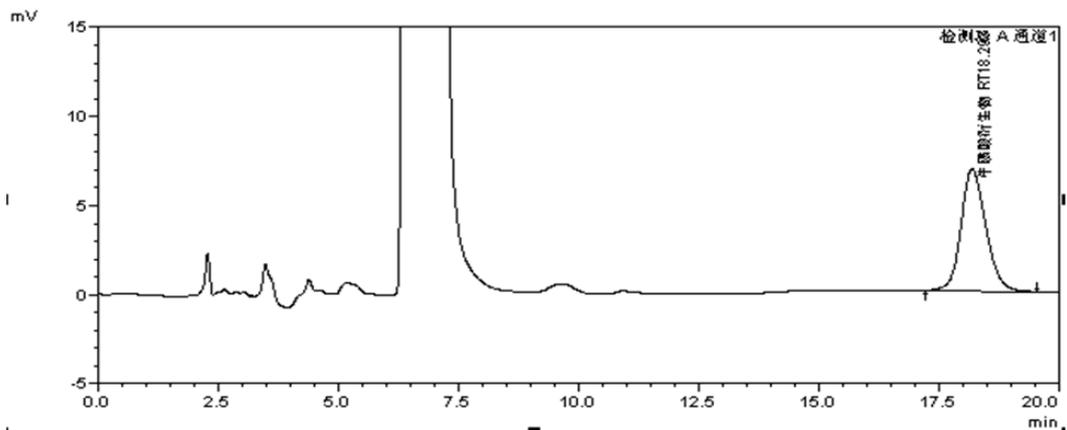


图 1 牛磺酸标准品

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

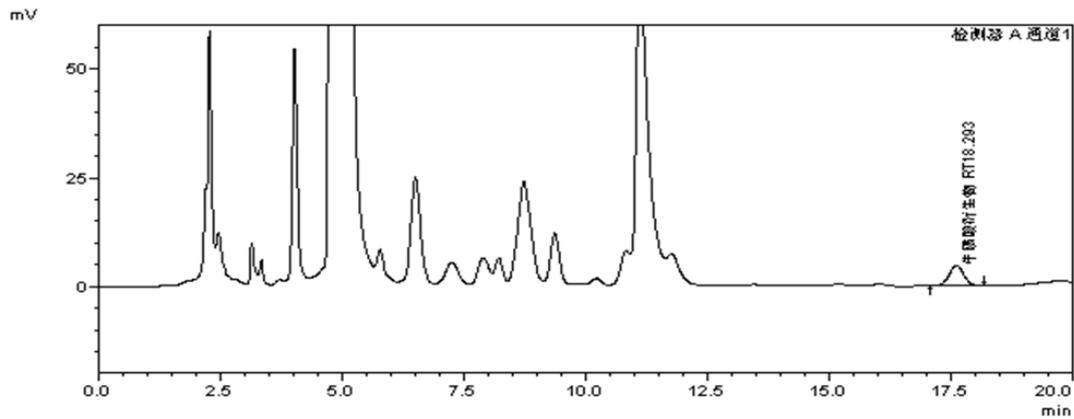


图 2 婴幼儿配方奶粉中的牛磺酸

结论

本实验依据 GB 5009.169-2016 第二法，用 Venusil XBP C18(2) (5 μm, 100 Å, 4.6 × 250 mm) 检测婴幼儿配方奶粉中的牛磺酸，并结合液相色谱-紫外检测器对样品进行了检测，结果牛磺酸保留时间稳定，峰形良好，且与样品中杂质分离效果较好，说明 Venusil XBP C18(2) (5 μm, 100 Å, 4.6 × 250 mm) 能够用于婴幼儿配方奶粉中牛磺酸的检测。

注意事项

牛磺酸试液及标准工作液在衍生过程中要注意避光。流速对分离效果及保留时间影响较大，具体的实验中应注意对流速的选择。

相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST000067	牛磺酸	Taurine	107-35-7

附：相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
VX952505-2	Venusil XBP C18 (2)	4.6 × 250 mm, 5 μm, 100 Å	1 支
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 × 11.6 mm	100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫 45°Shore A; 1.0 mm	100/pk
AM025045	微孔滤膜	尼龙, 50 mm, 0.45 μm	100 片

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

婴幼儿配方奶粉中维生素 K1 的测定

案例来源：博纳艾杰尔；应用编号：AF10009

1. 执行标准

《GB 5413.10-2010 食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中维生素 K1 的测定》

2. 色谱条件

色谱柱：Venusil® XBP C18(2) 150 mm×4.6 mm, 5 μm, 100 Å;

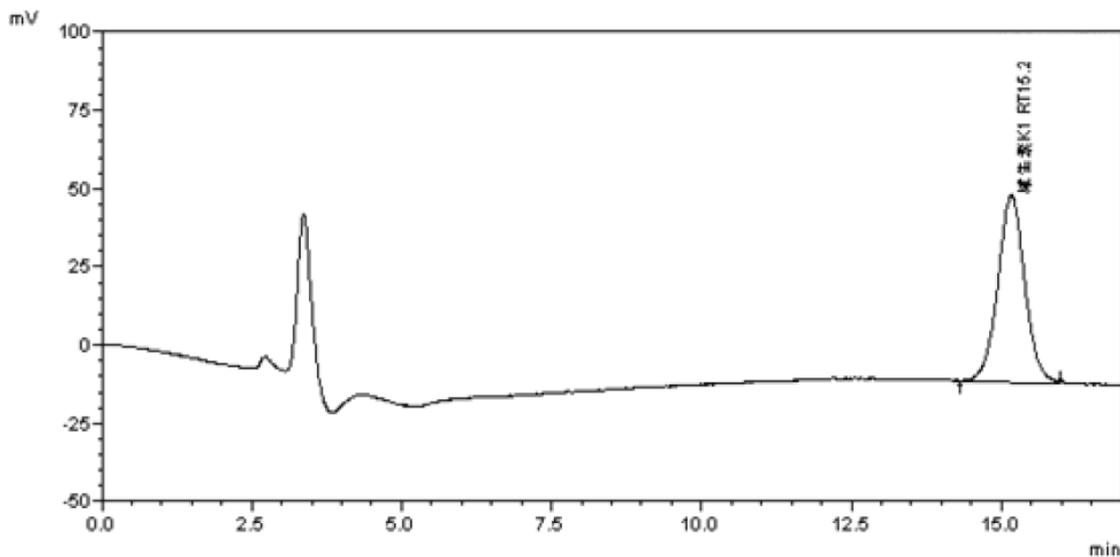
流动相：甲醇 900 mL, 二氯甲烷 100 mL, 冰醋酸 0.3 mL, 氯化锌 1.5 g, 无水乙酸钠 0.5 g;

流速：1.0 mL/min;

进样量：10 μL;

荧光检测器检测波长：激发波长 243 nm,

发射波长 430 nm;



维生素 K1 标准溶液

3. 注意事项

样品处理过程中要避光，待测液中维生素 K1 的含量会比较低，实验前可以进行适当的浓缩。

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

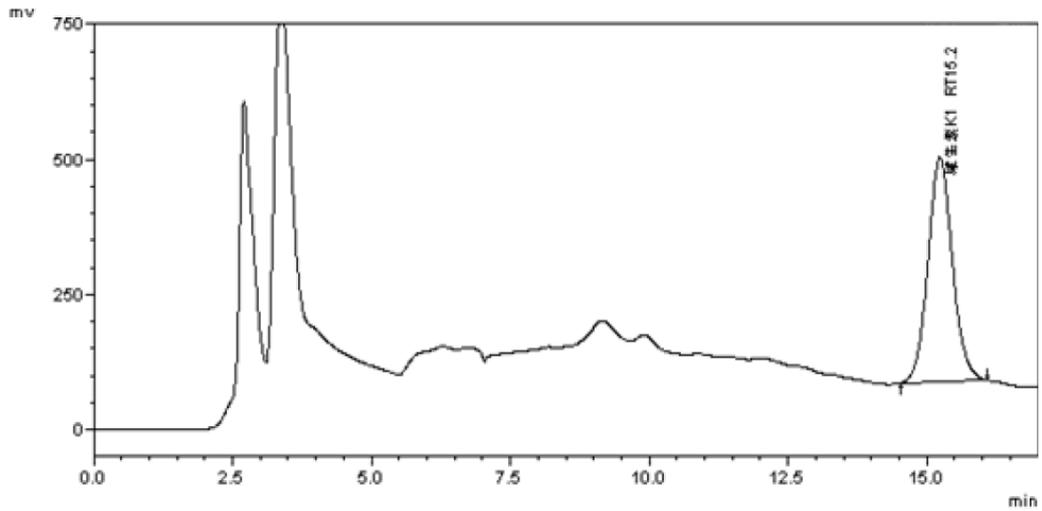
邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



婴幼儿配方奶粉中的维生素 K1

4. 质控标准

序号	项目	依据标准	指标
1	维生素 k1	GB10765	$1.0 \leq X (\mu\text{g}/100 \text{ kJ}) \leq 6.5$
			$4.2 \leq X (\mu\text{g}/100 \text{ kcal}) \leq 27.2$
		GB10767	$1.0 \leq X (\mu\text{g}/100 \text{ kJ}) \leq \text{N.S.}$
			$4.0 \leq X (\mu\text{g}/100 \text{ kcal}) \leq \text{N.S.}$

5. 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST1513	维生素 K1	Vitamin K1	84-80-0

6. 订货信息

订货号	产品名称	规格包装
VX951505-2	Venusil® XBP C18(2)	4.6×150 mm, 5 μm, 100 Å

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



婴幼儿乳品中维生素 A、D、E 的测定

案例来源：博纳艾杰尔；应用编码：AF10008

1. 执行标准

《GB 5413.9-2010 食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中维生素 A、D、E 的测定》

2. 色谱条件

色谱柱：Venusil® MP C18 150 mm×4.6 mm, 5 μm, 100 Å

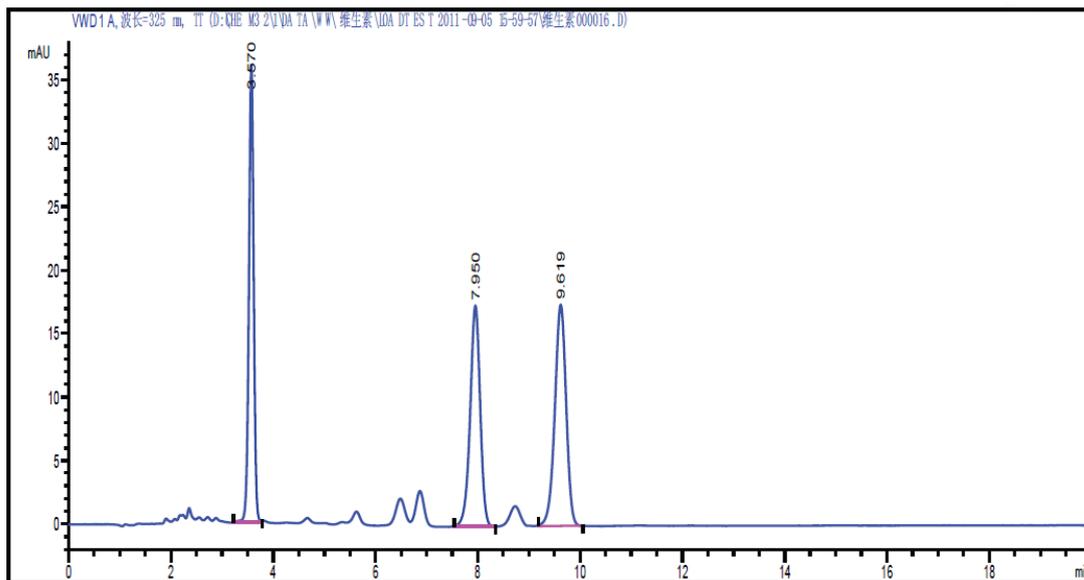
流动相：甲醇；

流速：1 mL/min；

柱温：30°C；

进样量：20 μL；

3. 实验结果



奶粉中的维生素 A、维生素 D、维生素 E

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

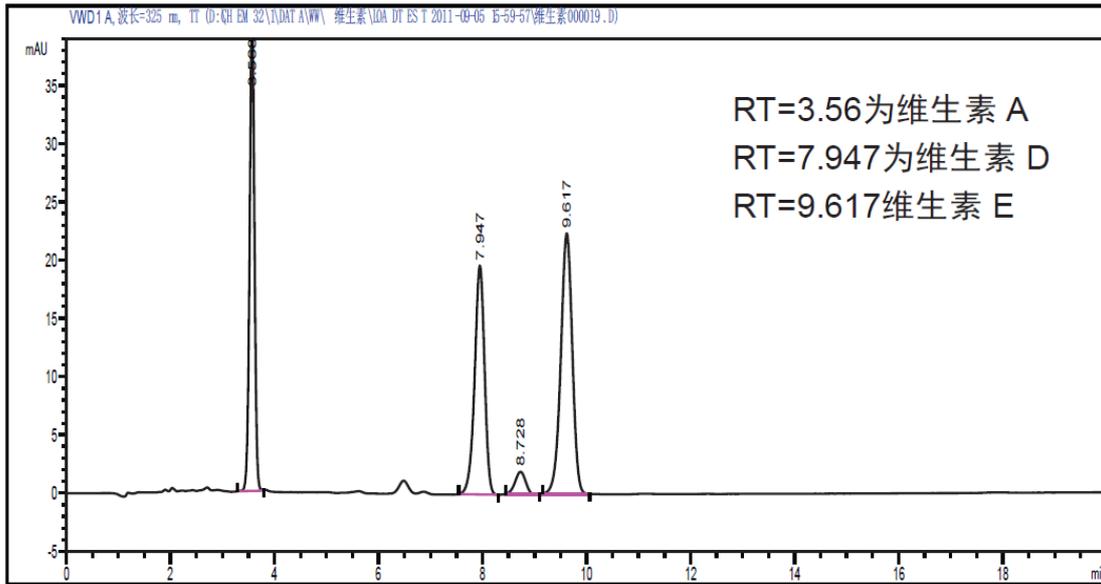
邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



标准溶液色谱图

质控标准

序号	项目	依据标准	指标
1	维生素 A	GB10765	$14 \leq X (\mu\text{gRE}/100 \text{ kJ}) \leq 43$
		GB10767	$59 \leq X (\mu\text{g}/100 \text{ kcal}) \leq 180$
2	维生素 D	GB10765	$18 \leq X (\mu\text{gRE}/100 \text{ kJ}) \leq 54$
		GB10767	$75 \leq X (\mu\text{g}/100 \text{ kcal}) \leq 225$
3	维生素 E	GB10765	$0.25 \leq X (\mu\text{g}/100 \text{ kJ}) \leq 0.60$
		GB10767	$1.05 \leq X (\mu\text{g}/100 \text{ kcal}) \leq 2.51$

3. 注意事项

- 样品处理过程复杂，但每一个过程都会对结果有所影响，所以要注意操作方法，如提取过程中要排气、慢慢振摇等，否则会影响萃取效果。
- 维生素 A、E 混合样品在氮气吹干过程中要注意除去未溶解杂质，有杂质存在会影响含量测定时结果稳定。

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

4. 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST1502	维生素 A	Vitamin A	68-26-8
1ST1509	维生素 E	(±)- α -Tocopherol	10191-41-0
1ST1552	维生素 D2	Vitamin D2	50-14-6
1ST1501	维生素 D3	Vitamin D3	67-97-0

5. 订货信息

产品名称	规格包装	订货号
Venusil® MP C18	4.6×150 mm, 5 μ m, 100 Å	VA951505-0

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



(GB21703-2010)婴幼儿乳品中苯甲酸和山梨酸的测定

案例来源：博纳艾杰尔；应用编号：AF10020

执行标准：《GB 21703-2010 食品安全国家标准 乳和乳制品中苯甲酸和山梨酸的检测》

色谱条件

色谱柱：Venusil®XBP C18(L) 5 μm, 4.6 × 250 mm

流动相：甲醇：缓冲盐= 10：90

缓冲盐：称取 2.5 g 磷酸二氢钾和 2.5 g 磷酸氢二钾于 1000 mL 容量瓶中，用水定容到刻度，磷酸调 pH 到 6.7，滤膜过滤即可。

波长：227 nm； 流速：1.2 mL/min； 进样量：10 μL

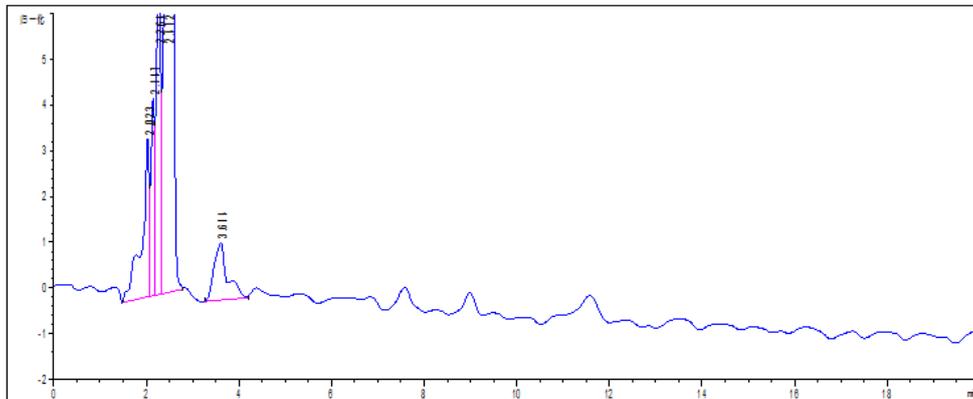


图 1 空白奶粉中苯甲酸和山梨酸

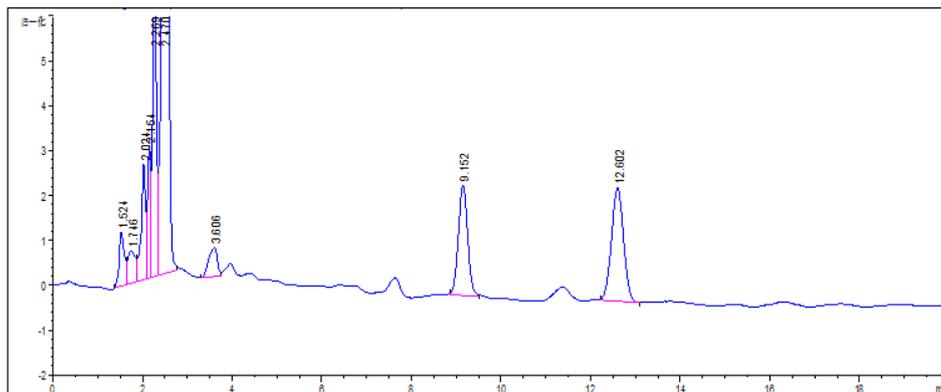


图 2 奶粉中添加苯甲酸和山梨酸的实验

注意事项

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



- 1.样品前处理时要选择合适除杂方法，尽量排除待测样品中的油脂、蛋白质，且不影响待测物组分的回收率。
- 2.样品的溶解基质建议用甲醇，因为在甲醇中山梨酸、苯甲酸相对更稳定。
- 3.根据色谱柱及柱效的不同，适当调整流动相比例，可以得到更好的峰型。

相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST2501	苯甲酸	Benzoic acid	65-85-0
1ST2503	山梨酸	Sorbic acid	110-44-1

订货指南

订货号	产品名称	规格包装
VX952505-L	Venusil XBP C18 (L)	4.6 × 250 mm, 5 μm,

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

婴幼儿乳品中脂肪酸的测定

案例来源：博纳艾杰尔；应用编号：AF10006

前言

脂肪酸 (fatty acid)，是指一端含有一个羧基的长的脂肪族碳氢链，是最简单的一种脂，它是许多更复杂的脂的组成成分。脂肪酸在有充足氧供给的情况下，可氧化分解为 CO₂ 和 H₂O，释放大能量，因此脂肪酸是机体主要能量来源之一。必需脂肪酸不仅为营养所必需，而且与儿童生长发育和成长健康有关，更有降血脂、防治冠心病等治疗作用，且与智力发育、记忆等生理功能有一定关系。一项新研究显示，在婴儿喝的婴儿奶粉中添加两种脂肪酸可能增加婴儿智慧，欧洲有些婴儿食品公司已把这两种脂肪酸掺在婴儿奶粉里。所以，检测婴幼儿乳品中的脂肪酸含量至关重要。

实验部分

仪器、试剂与材料

主要仪器设备

气相色谱-氢火焰离子化检测器 (GC-FID)

试剂材料

甲醇为色谱纯；

无水碳酸钠、甲苯、乙酰氯均为分析纯；

脂肪酸缓和标准溶液 (纯度 99%)；

10% 乙酰氯甲醇溶液：量取 40 mL 甲醇于 100 mL 干燥的烧杯中，准确吸取 5 mL 乙酰氯逐滴缓慢加入，不断搅拌，冷却至室温后转移并定容至 50 mL 干燥的容量瓶中；

6% 碳酸钠溶液：称取 6 g 无水碳酸钠于 100 mL 烧杯中，加水溶解，转移并用水定容至 100 mL 容量瓶中。

样品制备

样品提取

称取样品 0.5 g 于 15 mL 干燥螺口玻璃管中，加入 5 mL 甲苯，作为待制备样液。

样液制备

向上述待制备样液中加入 10% 乙酰氯甲醇溶液 6 mL，充氮气后，旋紧螺旋盖，振荡混合后于 80°C±1°C 水浴中放置 2 h，期间每隔 20 min 取出振摇 1 次，水溶后取出冷却至室温。将反应后的样液转移至 50 mL 离心管中，分别用 3 mL 碳酸钠溶液清洗玻璃管 3 次，合并碳酸钠溶液于 50 mL 离心管中，混匀。5000 r/min 离心 5 min，取上清液作为试液，气相色谱仪测定。

实验条件

色谱条件

色谱柱：100% 二氰基丙基聚硅氧烷色谱柱，100 m × 0.25 mm × 0.20 μm

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



载气：氮气；载气流量：1.0 mL/min；进样口温度：260°C
分流比：30 : 1；检测器温度：280°C；进样量：1.0 μL
程序升温：初始温度 100°C，持续 13 min，以 10°C/min 速率升至 180°C，保持 6 min，再以 1°C/min 速率升至 200°C，保持 20 min，再以 4°C/min 速率升至 230°C，保持 10.5 min。

结果与讨论

实验结果

经图 1、图 2 可知，采用 100% 二氰基丙基聚硅氧烷色谱柱检测婴幼儿配方乳品中的脂肪酸，峰形和分离度良好，保留时间稳定，且与杂质的分离度良好，能够满足检测要求。

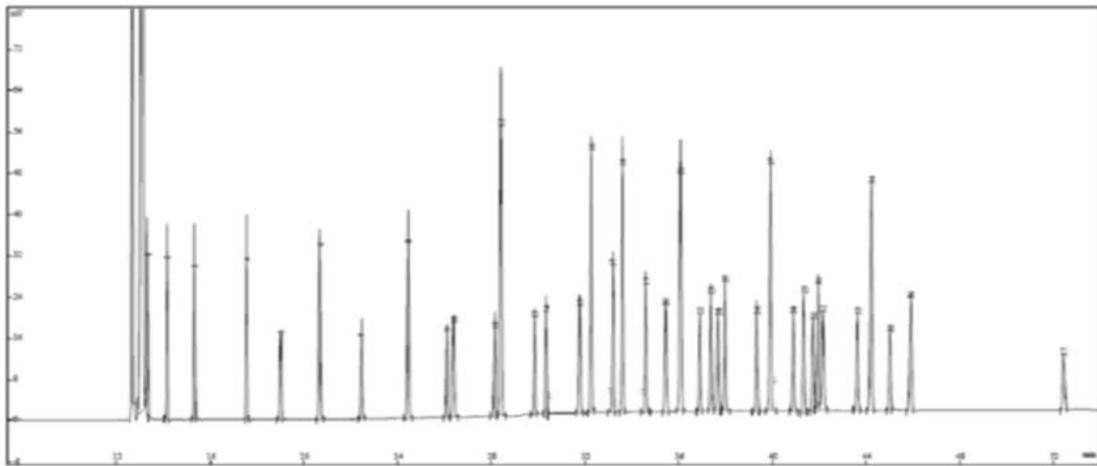


图 1 脂肪酸甲酯标准溶液色谱图

(1.丁酸甲酯 2.己酸甲酯 3.辛酸甲酯 4. 癸酸甲酯 5.十一碳酸甲酯 6.月桂酸甲酯 7. 十三碳酸甲酯 8.肉豆蔻酸甲酯 9.肉豆蔻油酸甲酯 10.十五碳酸甲酯 11.十五碳一烯酸甲酯 12.棕榈酸甲酯 13.棕榈油酸甲酯 14.十七碳酸甲酯 15.十七碳一烯酸甲酯 16. 硬脂酸甲酯 17.反式油酸甲酯 18.油酸甲酯 19.反式亚油酸甲酯 20.亚油酸甲酯 21.花生酸甲酯 22.亚麻酸甲酯 23.二十碳一烯酸甲酯 24.α-亚麻酸甲酯 25.二十一碳酸甲酯 26.二十碳二烯酸甲酯 27.二十二碳酸甲酯 28.二十碳三烯酸甲酯 29.芥酸甲酯 30.二十碳三烯酸甲酯 31.花生四烯酸 ARA 甲酯 32.二十三碳酸甲酯 33.二十二碳二烯酸甲酯 34. 二十四碳酸甲酯 35. 二十碳五烯酸 EPA 甲酯 36.二十四碳一烯酸甲酯 37.二十二碳六烯酸甲酯 DHA)

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

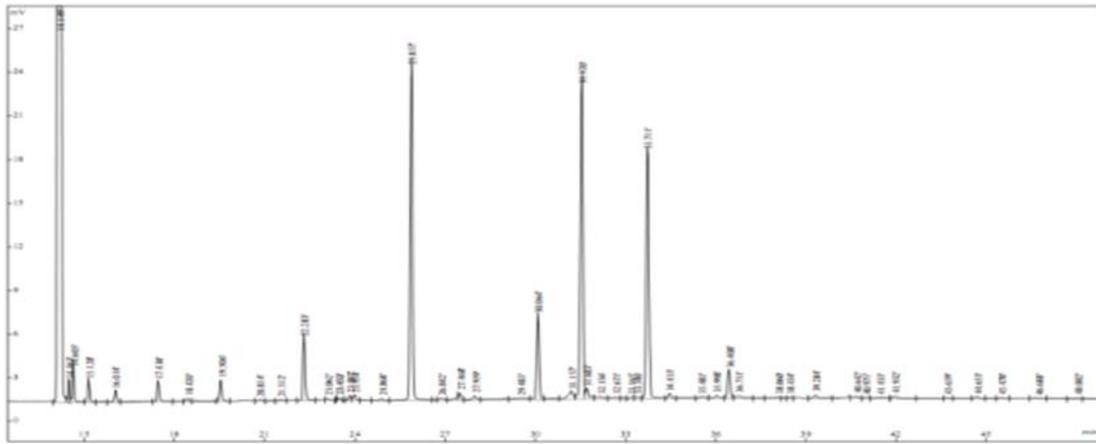


图 2 牛奶中的脂肪酸色谱图

结论

本实验依据 GB 5009.168-2016 第二法，用 100% 二氰基丙基聚硅氧烷色谱柱检测婴幼儿乳品中的脂肪酸，并结合气相色谱-氢火焰离子化检测器对样品进行了检测，结果脂肪酸保留时间稳定，峰形和分离度良好，且与样品中杂质分离效果较好，说明 100% 二氰基丙基聚硅氧烷色谱柱能够用于婴幼儿配方乳品中脂肪酸的检测。

相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST1802	丁酸甲酯	Methyl butyrate	623-42-7
1ST1804	己酸甲酯	Methyl hexanoate	106-70-7
1ST1806	辛酸甲酯	Methyl octanoate	111-11-5
1ST1808	癸酸甲酯	Methyl decanoate	110-42-9
1ST1809	十一碳酸甲酯	Methyl undecanoate	1731-86-8
1ST1810	月桂酸甲酯(十二烷酸甲酯)	Methyl dodecanoate	111-82-0
1ST1811	十三碳酸甲酯	Methyl tridecanoate	1731-88-0
1ST1812	肉豆蔻酸甲酯	Methyl myristate	124-10-7
1ST1812	肉豆蔻油酸甲酯	Methyl myristate	124-10-7
1ST1813	十五烷酸甲酯	Methyl pentadecanoate	7132-64-1
1ST1814	棕榈酸甲酯	Methyl palmitate	112-39-0
1ST1832	棕榈油酸甲酯	Methyl palmitoleate	1120-25-8
1ST1815	十七碳酸甲酯	Methyl heptadecanoate	1731-92-6
1ST1834	十七碳一烯酸甲酯	Methyl cis-10-heptadecenoate	75190-82-8
1ST1816	硬脂酸甲酯	Methyl stearate	112-61-8

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



1ST1839	反式油酸甲酯	trans-9-Octadecenoic methyl ester	1937-62-8
1ST1838	油酸甲酯	Methyl oleate	112-62-9
1ST1849	亚油酸甲酯	Methyl linoleate	112-63-0
1ST1819	花生酸甲酯	Methyl arachidate	1120-28-1
1ST1854	亚麻酸甲酯	Methyl linolenate	301-00-8
1ST1820	二十一烷酸甲酯	Methyl heneicosanoate	6064-90-0
1ST1878	二十碳二烯酸甲酯	cis-11,14-Eicosadienoic acid methyl ester	2463-02-7
1ST1821	二十二烷酸甲酯	Methyl behenate	929-77-1
1ST1862	二十碳三烯酸甲酯	cis-11,14,17-Eicosatrienoic acid methyl ester	55682-88-7
1ST1868	芥酸甲酯	Methyl cis-13-docosenoate	1120-34-9
1ST1762	花生四烯酸	Arachidonic acid	506-32-1
1ST1822	二十三烷酸甲酯	Methyl tricosanoate	2433-97-8
1ST1870	二十二碳二烯酸甲酯(顺-13,16)	Methyl cis-13,16-docosadienoate	61012-47-3
1ST1823	二十四烷酸甲酯	Methyl tetracosanoate	2442-49-1
1ST1864	二十碳五烯酸 EPA 甲酯	Methylcis-5,8,11,14,17-dicosapentaenoate	2734-47-6
1ST1876	二十四碳一烯酸甲酯	Methyl cis-15-tetracosenoate	2733-88-2
1ST1766	二十二碳六烯酸甲酯 DHA	cis-4,7,10,13,16,19-Docosapentaenoic	6217-54-5

附：相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
7125-A002	100%二氰丙基聚硅氧烷气相色谱柱	100 m×0.25 mm×0.20 μm	1 支
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32×11.6 mm	100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖，红色橡胶/米色 PTFE 隔垫 45°Shore A; 1.0 mm	100/pk
AM025045	微孔滤膜	尼龙, 50 mm, 0.45 μm	100 片

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

(GB/T 17817-2010、GB/T 17818-2010、GB/T 17812-2008)

饲料中 18 种氨基酸的测定（柱前衍生 HPLC 法）

案例来源：博耐艾杰尔；应用编号：AF10023

前言

氨基酸对动物的生长、神经系统的发育及动物体内营养物质的正常代谢都有重要的作用，而且蛋白质是动物生长必需的营养物质，是评价饲料营养成分的一种重要物质，而氨基酸是构成蛋白质的基本单位，所以氨基酸的种类和含量也就是评价饲料质量的根本依据，从而准确检测氨基酸的含量和种类具有重要意义。柱后衍生的方法，虽然准确性高，但是耗时长、灵敏度低，所以本文采用柱前衍生的方法以缩短分析时间，增加灵敏度。同时该方法得到的氨基酸衍生物在-20°C可保存数月，克服了柱前衍生法衍生物不稳定的缺点，另外该方法准确性高，用标准品做未知样品进行检测，检测的含量与标准品的标示值非常接近。

1 样品前处理

酸水解法：准确称取一定量的样品，使样品氨基酸总量在 50~75 mg 范围内，置于 20~30 mL 安瓿瓶中，加入 10 mL 含 0.1% 苯酚的 6 mol/L 盐酸，振摇使样品溶解或者是样品均匀分散在溶液中，将安瓿瓶置于-20°C冰箱中冷冻 3~5 分钟，充氮后用喷灯熔封，然后置于 110±1°C 烘箱中水解 24 小时，取出冷却，取水溶液 1 mL，置于浓缩管中用浓缩仪浓缩至干，加入 1 mL 的 0.1 mol/L 稀盐酸溶解，用 0.45 μm 滤器过滤后，取清液贮存于冰箱中，供衍生使用。

2 衍生方法

准确量取水解后溶液及氨基酸标准品 200 μL，分别置于 1.5 mL 离心管中，往每支离心管中准确加入正亮氨酸内标 50 μL，然后分别加入三乙胺乙腈溶液 100 μL 和异硫氰酸苯酯乙腈溶液 100 μL，摇匀室温静置衍生 1 小时。衍生结束后分别加入 400 μL 正己烷，振摇并静置 10 min，取下层溶液 200 μL 并用水稀释到 1 mL，混合均匀后用 0.45 μm 针式过滤器过滤即可。

3 检测方法

3.1 溶液配制

流动相 A：称取 15.2 g 无水乙酸钠，加水 1850 mL，溶解后用冰醋酸调 pH 值到 6.5，然后加乙腈溶液 140 mL，混合均匀并用 0.45 μm 滤器过滤；

流动相 B：80%乙腈水溶液

3.2 高效液相检测条件

仪器：LC-10F 高效液相色谱仪

色谱柱：Venusil AA 氨基酸分析专用柱 4.6×250 mm，5 μm，100 Å

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

流速：1 mL/min；进样量：10 μ L
检测波长：254 nm；柱温：40 $^{\circ}$ C

检测梯度如表 1

时间	流动相 A	流动相 B
0	100	0
2	100	0
15	90	10
25	70	30
33	55	45
33.1	0	100
38	0	100
38.1	100	0
45	100	0

4 实验结果与讨论

4.1 液相条件的建立

样品中氨基酸含量比较低，而且直接检测溶剂效应较大，经过衍生后直接检测样品中的氨基酸不能完全分离，本文通过用水稀释衍生溶液的方法降低检测中的溶剂效应，并且经过优化流动相梯度使 18 种氨基酸得到良好的分离。

但是实际检测过程中相同的检测条件下，仪器不同，分离效果差别较大，有的甚至都完全分不开，为此本文还开发了一种基础检测条件，可以根据仪器的自身特点，稍加调整流动相的比例即可使 18 种氨基酸得到较好的分离。

基础检测条件如表 2 所示。

表 2 流动相基础梯度变化表：

时间	流动相 A	流动相 B
0	100	0
15	92	8
25	78	22
36	64	36

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

38	0	100
43	0	100
43.1	100	0
50	100	0

4.2 检测方法的稳定性、线性及准确性

氨基酸标准品按照 2 方法衍生后, 相同的条件下连续重复进样 6 次, 计算相对标准偏差, 结果如表 3 所示。由结果可知该方法比较稳定, 可以用来检测氨基酸样品, 其实验谱图如图 1 所示。

根据仪器对各个物质的响应情况, 将氨基酸标准溶液分别稀释成 2.5 $\mu\text{mol/mL}$ (胱氨酸为 1.25 $\mu\text{mol/mL}$)、1.25 $\mu\text{mol/mL}$ (胱氨酸为 0.625 $\mu\text{mol/mL}$)、0.5 $\mu\text{mol/mL}$ (胱氨酸为 0.25 $\mu\text{mol/mL}$)、0.25 $\mu\text{mol/mL}$ (胱氨酸为 0.125 $\mu\text{mol/mL}$)、0.125 $\mu\text{mol/mL}$ (胱氨酸为 0.0625 $\mu\text{mol/mL}$)5 个浓度, 然后按照 2 的衍生方法同时衍生处理, 样品经稀释过滤后在相同的实验条件下进样, 依据进样浓度 X($\mu\text{mol/mL}$)为横坐标, 峰面积 Y 为纵坐标进行线性回归, 根据各个物质峰高、噪音, 遵循 S/N=3 计算出最低检出限, 回归方程及检出限见表 3。可见, 在选定的液相色谱条件下氨基酸标准溶液的响应与浓度呈良好的线性关系。

表 3 氨基酸的线性回归方程、标准偏差和检出限

名称	线性回归方程	相关系数 r2	峰面积 RSD6	时间 RSD6	检出限 ($\mu\text{mol/mL}$)
门冬氨酸	$Y=405.5x$	0.9974	0.34%	0.06%	0.025
谷氨酸	$Y=401.1x+35.8$	0.9965	0.38%	0.14%	0.034
丝氨酸	$Y=503.2x+25.5$	0.999	0.47%	0.10%	0.039
甘氨酸	$Y=689.0x-29.2$	0.9997	0.35%	0.09%	0.03
组氨酸	$Y=581.2x+1.40$	0.9999	0.33%	0.10%	0.034
精氨酸	$Y=542.0x+14.5$	0.9996	0.28%	0.10%	0.038
苏氨酸	$Y=441.8x+29.6$	0.9987	0.10%	0.07%	0.047
丙氨酸	$Y=753.6x-22.9$	0.9998	0.19%	0.07%	0.04
脯氨酸	$Y=563.9x-6.20$	0.9992	0.29%	0.05%	0.028
酪氨酸	$Y=0.0016x-0.0034$	1	0.11%	0.04%	0.02

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

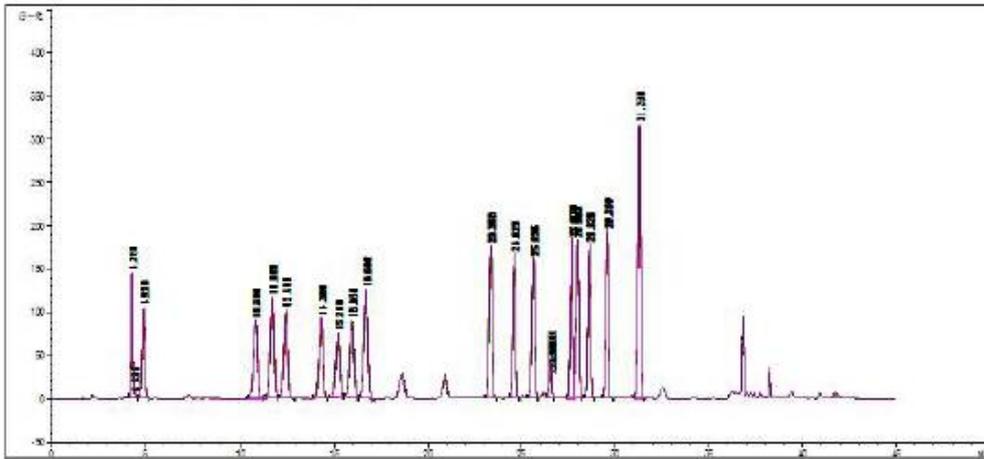
QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

缬氨酸	$Y=0.0015x+0.0075$	1	0.22%	0.02%	0.021
甲硫氨酸	$Y=0.0014+0.0325$	0.9999	0.60%	0.02%	0.022
胱氨酸	$Y=9.344x-1185$	0.6984	16.80%	0.03%	0.043
异亮氨酸	$Y=0.0014x-0.024$	0.9995	0.20%	0.02%	0.019
亮氨酸	$Y=0.0014x+0.0211$	0.9999	0.56%	0.01%	0.019
正亮氨酸	-	-	0.43%	0.01%	-
苯丙氨酸	$Y=0.0013x+0.0038$	1	0.47%	0.01%	0.018
赖氨酸	$Y=0.0008x+0.024$	1	0.27%	0.01%	0.011

图 1 氨基酸标准偏差试验色谱图



为了验证建立方法的准确性，本文用 Sigma 氨基酸标准品为样品，以博纳艾杰尔科技的标准品为标准品通过相同的方法衍生和检测得出检测值与标示值之间的偏差，除胱氨酸外，偏差均小于 3%，接近标准品的标示值，证明该方法准确性高，检测效果稳定。实验结果如表 4。

因为半胱氨酸在碱性环境下能够转化成胱氨酸，所以经碱水解后胱氨酸的含量不稳定，此外有时两个半胱氨酸残基会发生二硫键交联，经异硫氰酸苯酯衍生后的胱氨酸也不稳定，非常容易分解，所以胱氨酸的相关系数和偏差都比较大。

氨基酸标准溶液	Sigma (稀释 5 倍)	分析包 (稀释 5 倍)	Sigma 标示浓度	分析包标示浓度	Sigma 测得浓度 (稀释 5)	Sigma 测得浓度与标示
---------	----------------	--------------	------------	---------	-------------------	---------------

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



					(原液)	度(原液)	倍)	示浓度间的误差
中文名	Area1	Area2	Area1	Area2	μmol/mL	μmol/mL	μmol/mL	(%)
门冬氨酸	633.9	634.9	644	645	2.5	2.5	0.497	-0.6
谷氨酸	650.3	650.5	669.9	670.9	2.5	2.5	0.4898	-2
丝氨酸	707.2	709.8	728.2	728.5	2.5	2.5	0.4911	-1.8
甘氨酸	697.2	698.8	697.2	698.7	2.5	2.5	0.5049	1
组氨酸	684.6	686.9	692.9	693.9	2.5	2.5	0.4993	-0.1
精氨酸	695	696.4	701	702.1	2.5	2.5	0.5007	0.1
苏氨酸	629.3	629.6	633.7	633.9	2.5	2.5	0.5014	0.3
丙氨酸	676.7	678.3	681.7	682.7	2.5	2.5	0.5014	0.3
脯氨酸	780.4	779.9	781.3	782.1	2.5	2.5	0.5039	0.8
酪氨酸	756.3	757.8	759.6	761.6	2.5	2.5	0.5025	0.5
缬氨酸	795.6	780.2	786	788.2	2.5	2.5	0.5054	1.1
甲硫氨酸	785.1	778.2	789.3	789.6	2.5	2.5	0.4999	0
胱氨酸	430.8	416.3	328.7	320.9	1.25	1.25	0.3292	31.7
异亮氨酸	848.2	840.8	836.1	836.2	2.5	2.5	0.5099	2
亮氨酸	764.3	756.9	780.2	781.7	2.5	2.5	0.4917	-1.7
正亮氨酸	1300.2	1294.6	1308.6	1311.6	-	-	-	-
苯丙氨酸	862.6	868.4	896.8	896.8	2.5	2.5	0.4873	-2.5
赖氨酸	1249.	1257.	1291.	1298.	2.5	2.5	0.4887	-2.3

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

	4	8	9	5				
--	---	---	---	---	--	--	--	--

4.3 样品检测结果

按照上述方法检测处理后的饲料样品可得色谱图如图 2、图 3，通过单点校正法可以得出样品 1 和样品 2 中含有标准品中的 17 种氨基酸。

图 2 实际样品 1 色谱图

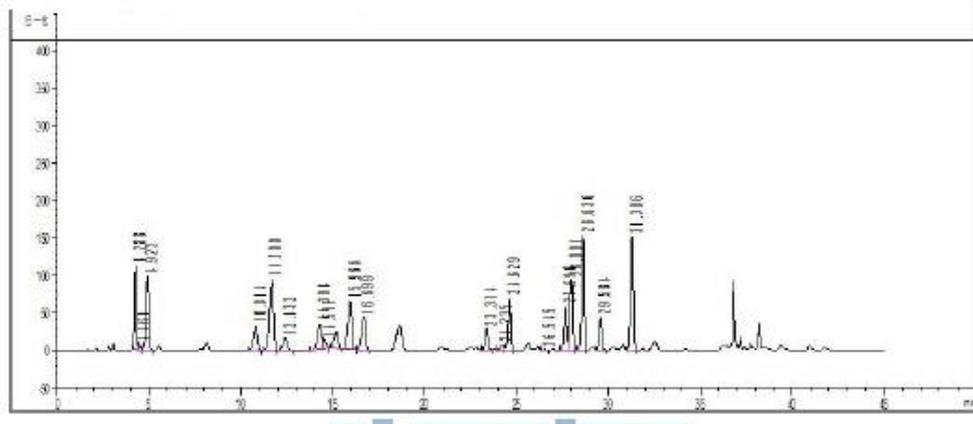
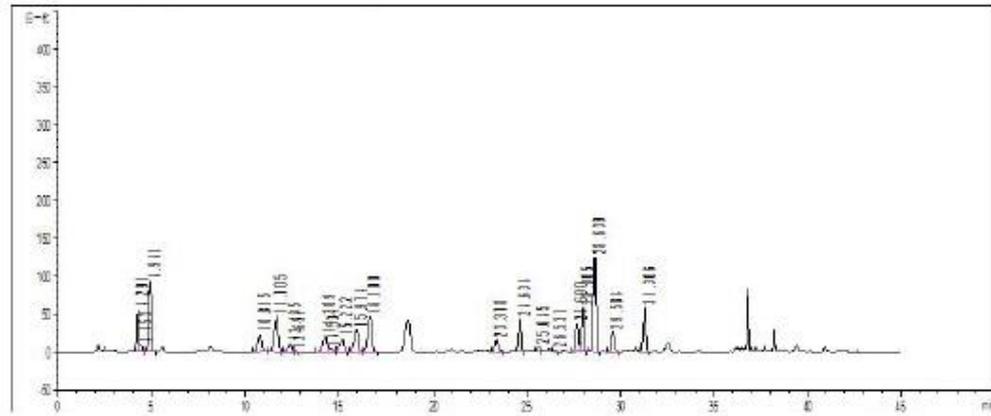


图 3 实际样品 2 色谱图



样品中的 17 种氨基酸均能得到良好的分离，这说明在有基质干扰的情况下本文建立的这种方法同样适用，而且样品连续进样重复性非常好，未出现样品变质或者峰型变差的现象，证明本文建立的方法在有基质干扰的情况下也同样克服了衍生氨基酸容易分解的问题。

4.4 实验结论

按照上述实验条件，可以准确检测饲料样品中 17 种氨基酸，同时检测的灵敏度及线性都能满足检测的要求，而且本方法准确性高，与样品中含有氨基酸的真值偏差非常小，所以

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

该方法可以准确的检测饲料样品中的氨基酸。

5 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST1403	门冬氨酸	L-Aspartic Acid; Asp	56-84-8
1ST1406	谷氨酸	L-Glutamic Acid; Glu	56-86-0
1ST1416	丝氨酸	L-Serine; Ser	56-45-1
1ST1408	甘氨酸	Glycine; Gly	56-40-6
1ST1409	组氨酸	L-Histidine	71-00-1
1ST1402	精氨酸	L(+)-Arginine; Arg	74-79-3
1ST1417	苏氨酸	L-Threonine, Thr	72-19-5
1ST1430	丙氨酸	β -Alanine	107-95-9
1ST1415	脯氨酸	L-Proline; Pro	147-85-3
1ST1419	酪氨酸	L-Tyrosine, Tyr	60-18-4
1ST1420	缬氨酸	L-Valine; Val	72-18-4
1ST1480	甲硫氨酸	DL-Methionine	59-51-8
1ST1429	胱氨酸	L-Cystine; Cys	56-89-3
1ST1410	异亮氨酸	L-Isoleucine; Ile	73-32-5
1ST1411	亮氨酸	L-Leucine, Leu	61-90-5
1ST1421	正亮氨酸	L-Norleucine; Nle	327-57-1
1ST1414	苯丙氨酸	L-Phenylalanine; Phe	63-91-2
1ST1412	赖氨酸	L-Lysine	56-87-1

6 订货信息

订货号	产品名称	规格包装
FL-LC010GS	LC-10F 高效液相色谱仪	10 mL/min, 梯度系统, 200-800 nm 双波长检测器
CC-100	CC-100 分析型色谱柱温箱	温控范围: 5-70°C; 可安装 1-2 支 300 mm 色谱柱
AA952505-K	Venusil AA 氨基酸分析方法包	包含以下产品(不含色氨酸)
AA952505-0		Venusil AA 氨基酸分析专用色谱柱(4.6×250 mm, 5 μ m)
AA-D		异硫氰酸苯酯(PITC), 10×25 μ L

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



AA-S		17 种氨基酸标准溶液, 2×1 mL
AA-I		正亮氨酸(Nle), 1×100 mg
AA-B		2×1.4 mL
AA-T	色氨酸(Trp)	1×100 mg
AS021320	针式过滤器(Nylon)	0.22 μm, 直径 13 mm, 200/pk
ZSQ-5ML	一次性无针头注射器	5 mL, 100/pk
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写 32×11.6 mm, 100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫, 45. Shore A 1.0 mm, 100/pk
AH015-4	乙腈	4×4 L/箱

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

乳制品中 L-羟脯氨酸的测定方法学验证---异硫氰酸苯酯 (PITC)法

案例来源：博纳艾杰尔；应用编号：AF10092

应用简介

本实验采用高效液相色谱(HPLC)法结合紫外检测器，使用 Venusil®AA 氨基酸专用分析柱，以异硫氰酸苯酯(PITC)为柱前衍生剂，运用外标法，对部分市售乳制品中 L-羟脯氨酸进行测试。实验结果表明，在波长 254 nm，流速为 1.0 mL/min，以 0.1mol/L 醋酸钠缓冲液(pH=6.5)与 80%乙腈为流动相进行梯度洗脱，L-羟脯氨酸线性范围为 0.125-6.25mg/L，相关系数大于 0.999，平均回收率在 90-110%之间，平行样品的相对标准偏差小于 5.0%，方法检出限为 1.5mg/kg。本方法灵敏度高、重复性好，可用于乳制品中 L-羟脯氨酸的检测。

前言

皮革奶，是用皮革水解蛋白生产出来的乳制品，加入到乳制品中的目的是提高产品蛋白含量。皮革水解蛋白本身对人体无害，但由于皮革水解蛋白中混进了大量皮革鞣制、染色过程中添加进来的重铬酸钾和重铬酸钠等有毒物质，长期服用会导致重金属中毒。L-羟脯氨酸是胶原蛋白(皮革水解蛋白)特征性成份之一，而乳制品中的乳蛋白中不存在，故将 L-羟脯氨酸的检测作为判定乳及乳制品中是否含有水解蛋白的依据。

本实验采用异硫氰酸苯酯(PITC)作为衍生剂，使用 Venusil® AA 氨基酸分析专用柱对 5 种市售乳制品中 L-羟脯氨酸进行测试。

实验部分

仪器、试剂与材料

主要仪器设备

Agilent 1100 高效液相色谱仪、Agela Technology 15 位干式电模块氮吹仪；

试剂材料

色谱柱：Venusil®AA；5 μm；4.6 × 250 mm；

L-羟脯氨酸标准品：白色晶体，纯度≥98%；异硫氰酸苯酯：纯度≥99.0%；屈臣氏蒸馏水；

乙腈为色谱纯；无水醋酸钠、苯酚、浓盐酸、冰醋酸均为分析纯；

水解液：6.0 mol/L 盐酸溶液(含 1% 苯酚)；

稀盐酸：0.1 mol/L 盐酸；

三乙胺乙腈溶液：取三乙胺 1.4 mL，加乙腈 8.6 mL，混匀；

异硫氰酸苯酯乙腈溶液：取异硫氰酸苯酯 25 μL，加乙腈 2 mL，混匀；

0.1mol/L 醋酸钠缓冲液 (Ph=6.5)：称取 8.23g 无水醋酸钠，加 1000mL 水溶解，冰醋酸调节 pH 至 6.5；

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



标准储备液 1000 µg/mL: 准确称取 10 mg 标准品于 10 mL 容量瓶中, 用 0.1 mol/L 盐酸溶解并定容至刻度, 即得;

标准工作液 100 µg/mL: 用 0.1mol/L 盐酸稀释标准储备液至 100 µg/mL。

样品水解

准确称取样品 1 g(奶粉样品称取 0.2 g), 置于 12 mL 水解管中, 加入 8 mL 水解液, 振荡使样品均匀分散于溶液中, 然后将水解管置 110°C 烘箱中水解 24 小时, 取出冷却, 打开水解管, 将水解液全部转移至 20 mL 玻璃试管中, 用 0.1mol/L 盐酸定容到刻度, 混匀, 过滤, 取滤液, 作为衍生用样品溶液。

样品衍生

准确量取衍生用样品溶液 1.0 mL, 置一玻璃管中, 用氮吹仪于 50°C 下氮吹至干, 残渣加 1.0 mL 稀盐酸复溶, 混匀, 量取 200 µL 水解后样品溶液于 5 mL 玻璃试管中, 依次加入 100 µL 三乙胺乙腈溶液, 100 µL 异硫氰酸苯酯乙腈溶液, 摇匀, 于室温下放置 1 h, 然后加入正己烷 800 µL, 振荡后放置 10 分钟, 取下层溶液, 用 0.45 µm 滤膜过滤, 取续滤液 200 µL, 加水 800 µL 稀释后上机测试。

L-羟脯氨酸标准曲线的绘制用 L-羟脯氨酸标准工作液分别配成 0.125、0.25、1.25、2.5、6.25 µg/mL 的标准系列溶液, 采用上述衍生方法, 使用外标法定量, 绘制标准曲线。

色谱条件

色谱柱: Venusil®AA; 5 µm; 4.6 × 250 mm;

流速: 1.0 mL/min;

柱温: 40 °C;

波长: 254 nm;

进样量: 20 µL;

流动相 A: 0.1 mol/L 醋酸钠缓冲液(冰醋酸调节 pH=6.5) : 乙腈=1000 : 75;

流动相 B: 乙腈 : 水=80 : 20;

梯度:

表 1. 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0	100	0
2	100	0
10	88	12
19	70	30
21	50	50
22	0	100
26	0	100
26.1	100	0
30	100	0

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

结果与讨论

方法学考察

标准曲线及检出限

按照上述色谱条件，分别对 L-羟脯氨酸系列标准溶液进样测试，L-羟脯氨酸在浓度 0.125-6.25mg/L 范围内有线性关系良好，回归方程为 $y = 12.607x + 0.5205$ ，相关系数为 0.9999，检出限 (S/N=3) 为 1.5 mg/kg。

方法的精密度与回收率

精密度实验

在上述色谱条件下，使用 1.25 $\mu\text{g/mL}$ 标准溶液连续进样 6 次对仪器精密度进行测试，表明方法重现性好，结果见下表 2。

表 2. 重复性实验数据

	保留时间/min	峰面积
平均值	7.818	17.2
RSD/%	0.30	0.90

市售乳制品检测及加标回收实验按上述的处理方法，对 5 种市售乳制品(牛奶、乳品饮料、奶粉、原味酸奶及大果粒酸奶) 分别进行加标实验，并计算回收率，加标浓度及回收率结果见表 3，L-羟脯氨酸的加标平均回收率在 90-110%之间，相对标准偏差小于 5%，该方法的回收率好。

表 3. 市售乳制品中 L-羟脯氨酸的相关回收率

市售乳制品	加标浓度(mg/Kg)	平均回收率/%	RSD/%
奶粉	50	106.6	3.12
	125	103.1	1.79
	625	89.3	2.00
牛奶	10	91.8	3.27
	25	100.6	2.34
	125	96.7	0.86
乳品饮料	10	108.2	3.06
	25	101.9	1.08
	125	99.9	0.87
酸奶	10	109.8	3.34
	25	102.5	4.56
	125	99.8	1.23
大果粒	10	109.8	3.22
	25	100.6	1.72

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



	125	103.3	1.16
--	-----	-------	------

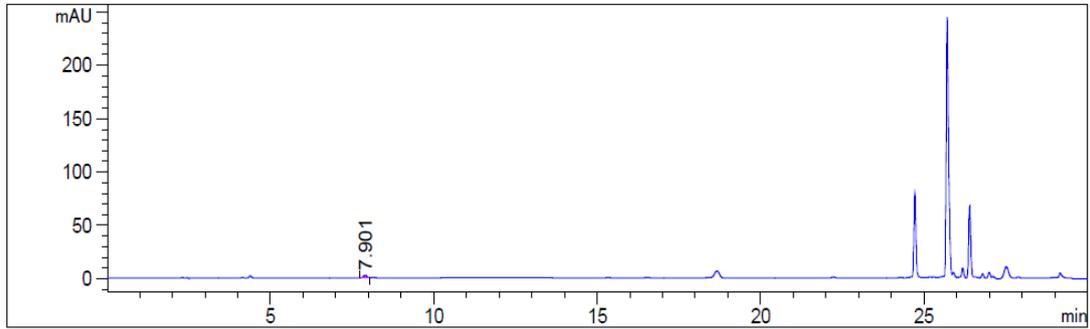


图 1.标准溶液 1.25 µg/mL 高效液相色谱图

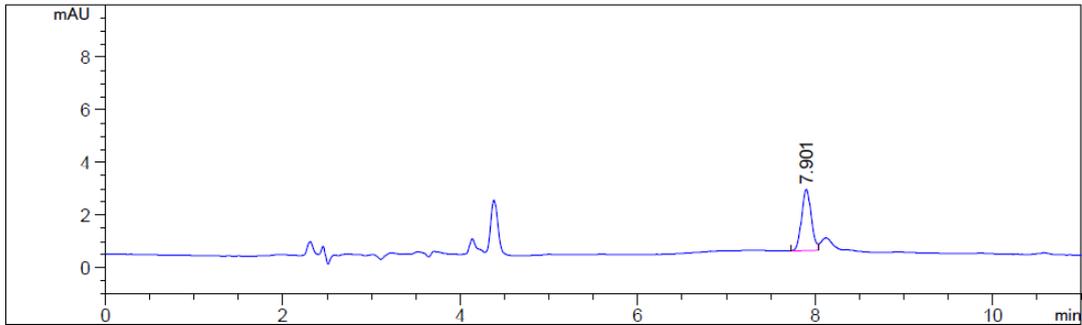


图 2.标准溶液 1.25 µg/mL 高效液相色谱图(局部放大图)

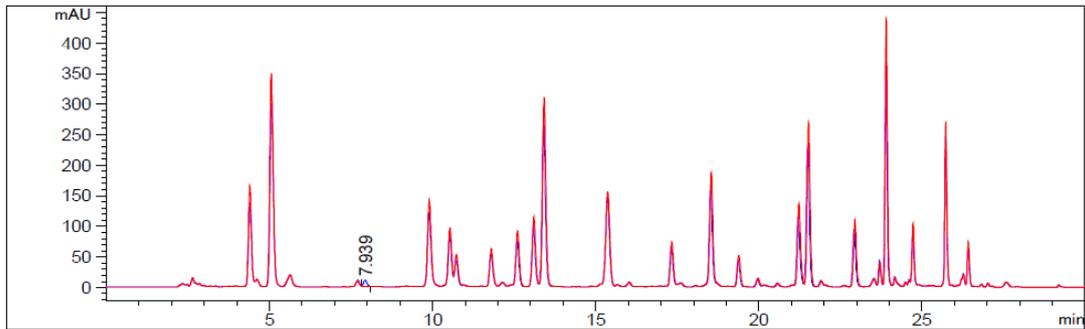


图 3.奶粉空白样品(红线)与加标 625 mg/kg 样品(蓝线)高效液相色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

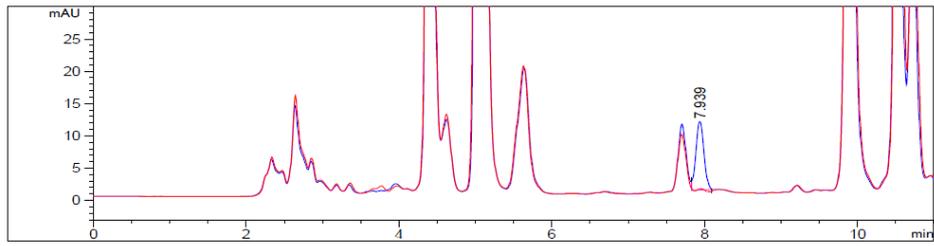


图 4.奶粉空白样品(红线)与加标 625 mg/kg 样品(蓝线)高效液相色谱图(局部放大图)

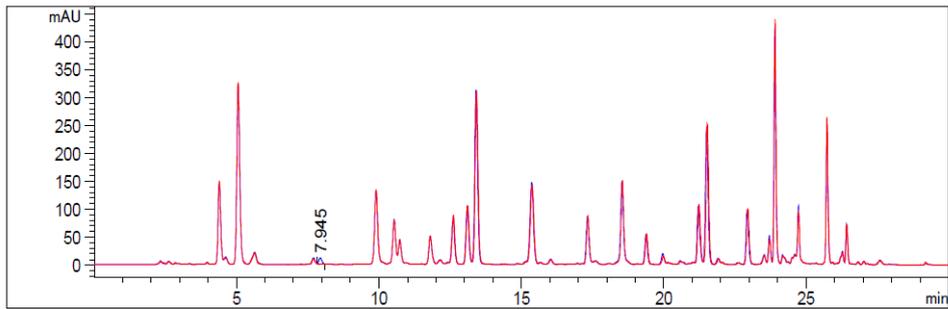


图 5.牛奶空白样品(红线)与加标 125 mg/kg 样品(蓝线)高效液相色谱图

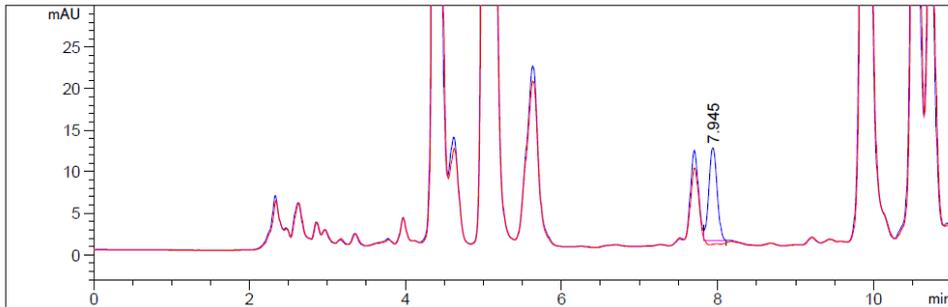


图 6.牛奶空白样品(红线)与加标 125 mg/kg 样品(蓝线)高效液相色谱图(局部放大图)

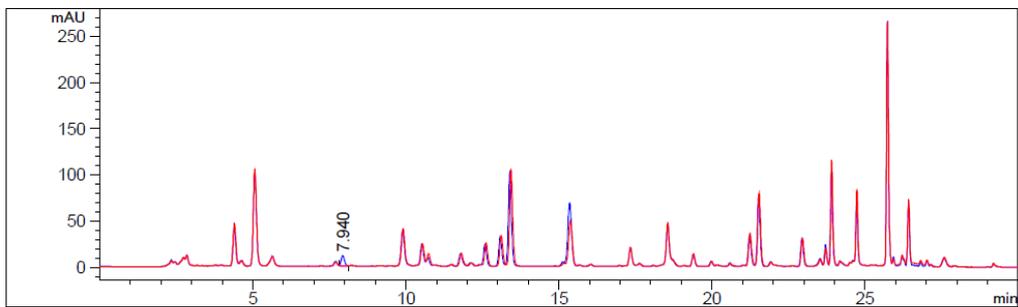


图 7.乳品饮料空白样品(红线)与加标 125 mg/kg 样品(蓝线)高效液相色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

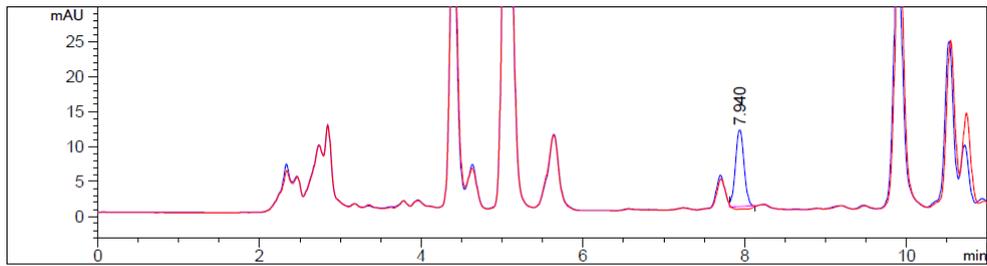


图 8. 乳品饮料空白样品(红线)与加标 125 mg/kg 样品(蓝线)高效液相色谱图(局部放大图)

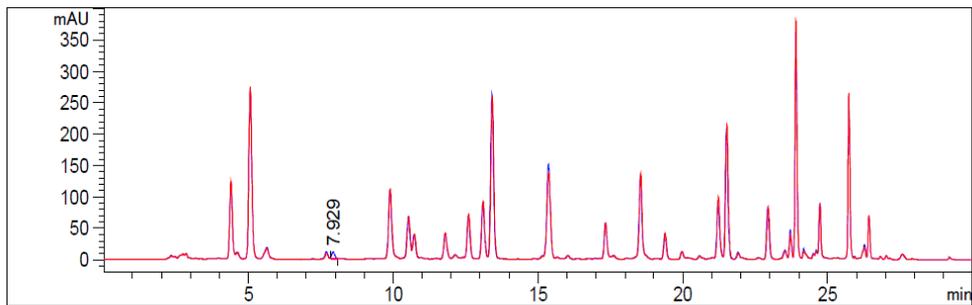


图 9. 原味酸奶空白样品(红线)与加标 125 mg/kg 样品(蓝线)高效液相色谱图

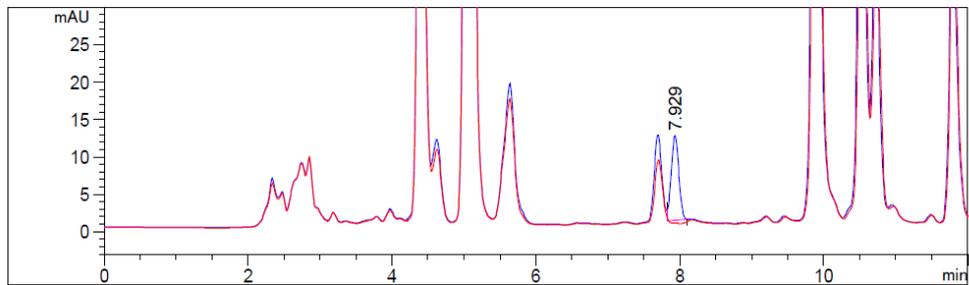


图 10. 原味酸奶空白样品(红线)与加标 125 mg/kg 样品(蓝线)高效液相色谱图 (局部放大图)

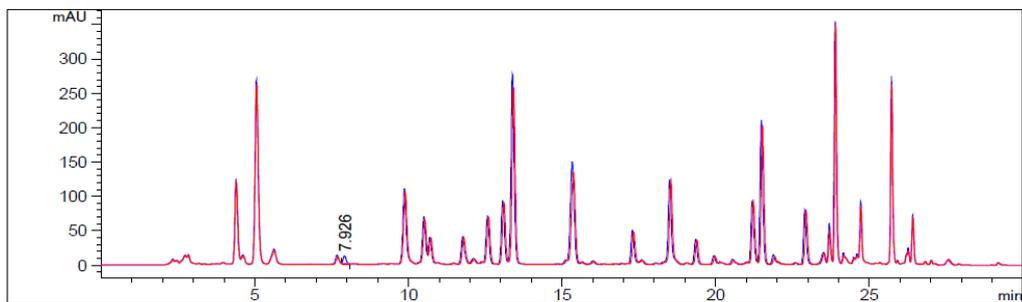


图 11. 大果粒酸奶空白样品(红线)与加标 125 mg/kg 样品(蓝线)高效液相色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

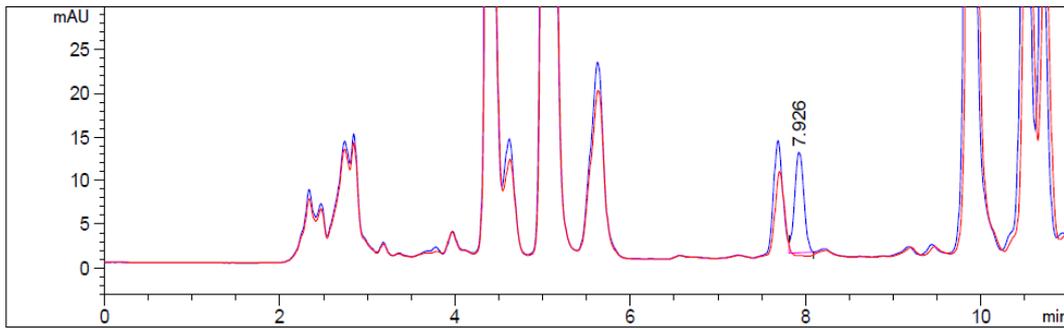


图 12.大果粒酸奶空白样品(红线)与加标 125 mg/kg 样品(蓝线)高效液相色谱图(局部放大图)

结论

根据实验结果,采用 Venusil®AA 氨基酸分析专用柱,以异硫氰酸苯酯(PITC)为衍生试剂测试乳制品中的 L-羟脯氨酸,方法灵敏度高、重现性好,可用于判定乳制品中是否添加皮革水解蛋白。

相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST1427	L-羟基脯氨酸	trans-4-Hydroxy-L-proline	51-35-4

附：相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
AA952505-0	Venusil®AA 氨基酸分析专用柱	4.6 × 250 mm, 5 μm	1
1509-1800	12 mL 螺纹棕色样品瓶	66*18.5 mm	100/PK
AV1011-0	1.5mL 棕色样品瓶	短螺纹棕色;带书写处 32 × 11.6 mm	100/PK
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫 45°Shore A; 1.0 mm	100/PK
AS021345-T	微孔滤膜	单膜, 13 mm, 0.45 μm	100 个/包
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包
AH015-4	乙腈	4 L/瓶, 色谱纯	4×4 L/箱

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



(GB 28314-2012)天然辣椒素与二氢辣椒素的测定

案例来源：博纳艾杰尔；应用编号：AF10074

应用简介

本实验采用高效液相色谱(HPLC)法结合紫外检测器，按照 GB 28314-2012 食品安全国家标准食品添加剂辣椒油树脂标准方法，并选择 Venusil®RXBP C18 (L) (5 μm, 150 Å, 4.6 × 250 mm)色谱柱对辣椒素有关样品进行了测定。结果表明：在波长为 280 nm，流动相为甲醇：水=65：35 (v/v)时，测得的辣椒样品中天然辣椒素与二氢辣椒分离效果良好。

前言

辣椒素是辣椒的活性成分，是辣椒中的主要辣椒元，二氢辣椒素位居第二。它对哺乳动物包括人类都有刺激性并可在口腔中产生灼烧感。纯辣椒素是一种斥水亲脂、无色无嗅的结晶或蜡状化合物。

表 1. 辣椒中部分辣椒元信息

样品名称	英文名	分子式	分子量	CAS 编号
天然辣椒素	Capsaicin	C ₁₈ H ₂₇ NO ₃	305.41	404-86-4
二氢辣椒素	Dihydrocapsaicin	C ₁₈ H ₂₉ NO ₃	307.43	19408-84-5

实验部分

仪器、试剂与材料

主要仪器设备

Agela LC-10F 高效液相色谱仪，紫外检测器；

试剂材料

甲醇为色谱纯；四氢呋喃为色谱纯；天然辣椒素：白色固体粉末，由某食品公司提供；

二氢辣椒素：白色固体粉末，由某食品公司提供；辣椒样品：由某食品公司提供；

高效液相色谱柱：Venusil®XBP C18 (L)；5 μm, 150 Å, 4.6 × 250 mm。

样品制备

辣椒样品供试品溶液：取辣椒样品约 1.0 g，精密称定，用甲醇-四氢呋喃 (1：1) 混合溶剂超声溶解，并定容至 50 mL，经 0.45 μm 滤膜过滤，取续滤液 5.0 mL，加水 5.0 mL 稀释，即得；辣椒素混合标准溶液：分别称取天然辣椒素与二氢辣椒素标准品适量，加甲醇溶解并稀释制成每 1.0 mL 中含 1.0 mg 的溶液，混匀，取适量后，用甲醇-水 (1：1) 稀释制成每 1.0 mL 中含 20 μg 的溶液，制成辣椒素混合标准溶液。

色谱条件

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



色谱柱: Venusil XBP C18 (L); 5 μm , 150 \AA , 4.6 \times 250 mm;

流动相: 甲醇:水=65:35 (v/v);

流速: 1.0 mL/min;

柱温: 30°C;

进样量: 20 μL ;

波长: 280 nm。

结果与讨论

本实验采用 Venusil^oR XBP C18 (L) 色谱柱对辣椒样品中天然辣椒素及二氢辣椒素进行了测定, 由图 1、图 2 可知, 在上述色谱条件下, 待测物峰形良好。

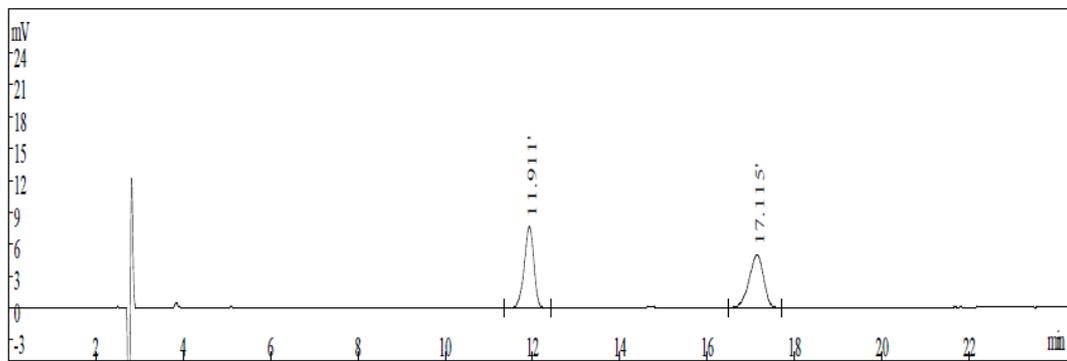


图 1. 辣椒素混合标准溶液高效液相色谱图

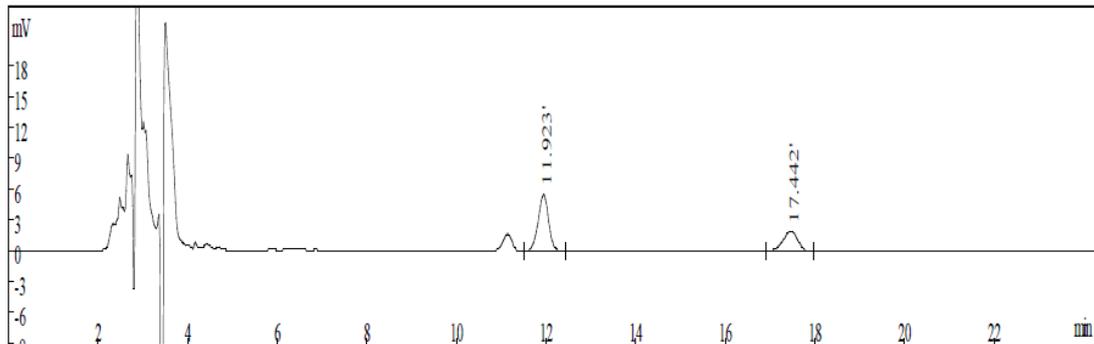


图 2. 辣椒样品供试品溶液高效液相色谱图

结论

本实验按 GB 28314-2012 食品安全国家标准食品添加剂辣椒油树脂标准方法, 采用 Venusil XBP C18 (L) 色谱柱对辣椒样品中天然辣椒素与二氢辣椒进行了测定。结果表明天然辣椒素峰与二氢辣椒素峰峰形良好, 分离效果满足要求。

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST8001	天然辣椒素	Capsaicin	404-86-4
1ST40113	二氢辣椒素	Dihydrocapsaicin	19408-84-5

附：相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
VX952505-L	Venusil XBP C18 (L)	5 μm , 150 \AA , 4.6 \times 250 mm	1 支
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 \times 11.6 mm	100/pK
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫 45°Shore A; 1.0 mm	100/ pK
AS021345-T	针式过滤器	单膜, 13 mm, 0.45 μm	100 个/包
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包
AH230-4	甲醇	4 L/瓶, 色谱纯	4 \times 4 L/箱
AH340-4	四氢呋喃	4 L/瓶, 色谱纯	4 \times 4 L/箱

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



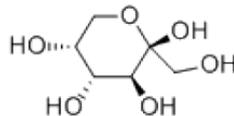
蜂蜜中糖类物质的分析方法

案例来源：博纳艾杰尔；应用编号：AF10089

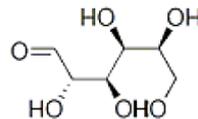
应用简介

本实验参照 GB/T18932.22-2003 蜂蜜中果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖含量测定方法，采用高效液相色谱(HPLC) 法结合示差折光检测器，选择 Innoval NH2 色谱柱(5 μm , 100 \AA , 4.6 \times 300 mm)对蜂蜜中果糖、葡萄糖、蔗糖及麦芽糖四种糖类物质进行了测定。结果表明：流动相为乙腈：水（85：15, V/V），等度洗脱时，能够实现蜂蜜中四种糖类物质的分离，且保留时间稳定，能够满足检测要求。

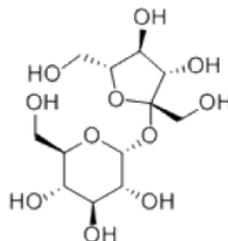
果糖，英文名 beta-D-Fructopyranose，化学式 $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$ ，相对分子质量 180.16，CAS 编号 7660-25-5，结构式为：



葡萄糖，英文名 D(+)-Glucose，化学式 $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$ ，相对分子质量 180.16，CAS 编号 50-99-7，结构式为：



蔗糖，英文名 D(+)-Sucrose，化学式 $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$ ，相对分子质量 342.3，CAS 编号 57-50-1，结构式为：



麦芽糖，英文名 Maltose，化学式 $\text{C}_{12}\text{H}_{22}\text{O}_{11}$ ，相对分子质量 342.3，CAS 编号 67-79-

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

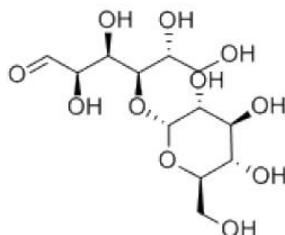
电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

4, 结构式为:



实验部分

仪器、试剂与材料

主要仪器设备

高效液相色谱仪, 示差折光检测器

试剂材料

纯水(屈臣氏); 乙腈为色谱纯; 4种糖类混标: 果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖 (10 mg/mL);

高效液相色谱柱: Innoval NH2; 5 μ m, 100 \AA , 4.6 \times 300 mm。

样品制备

精确称取蜂蜜样品 5 g, 置于 100 mL 的容量瓶中, 加入 30 mL 水, 涡旋使试样完全溶解, 用乙腈定容至刻度, 作为供试品。

色谱条件

色谱柱: Innoval NH2; 5 μ m, 100 \AA , 4.6 \times 300 mm;

流动相: 乙腈: 水 (85:15, V/V);

柱温: 25°C;

流速: 1.0 mL/min;

进样量: 15 μ L;

结果与讨论

本实验采用 Innoval NH2 色谱柱对蜂蜜中果糖、葡萄糖、蔗糖及麦芽糖四种糖类物质进行了测定。由表 1 和图 1 ~ 6 可知, 流动相为乙腈-水时, 可以较好的分离蜂蜜样品中果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖四种糖类物质。

表 1. Innoval NH2 色谱柱蜂蜜中糖类物质测试结果

样品名称	化合物名称	保留时间/min	理论塔板数	分离度
蜂蜜样品	果糖	8.212	5128	—
	葡萄糖	9.662	3552	2.3
4 种糖混标	果糖	8.153	4341	—
	葡萄糖	9.535	3054	2.0
	蔗糖	14.230	4285	5.1
	麦芽糖	17.705	3748	2.9

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

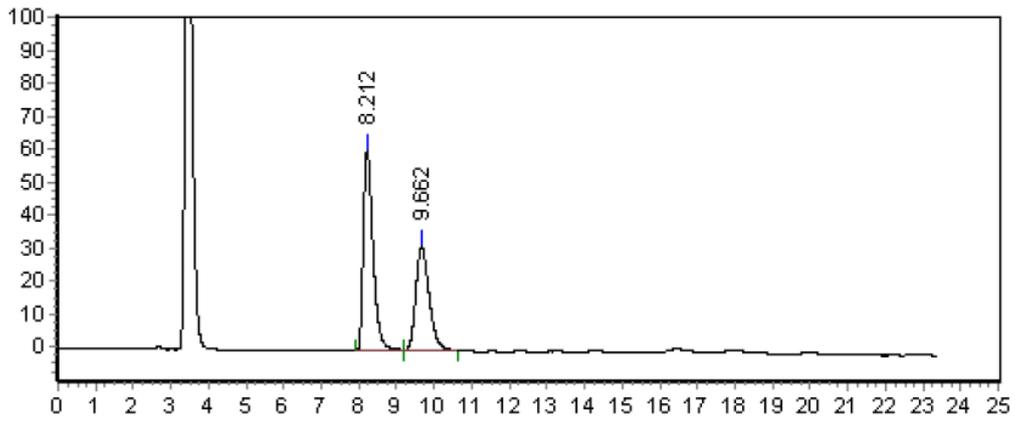


图 1. 蜂蜜空白样品高效液相色谱图

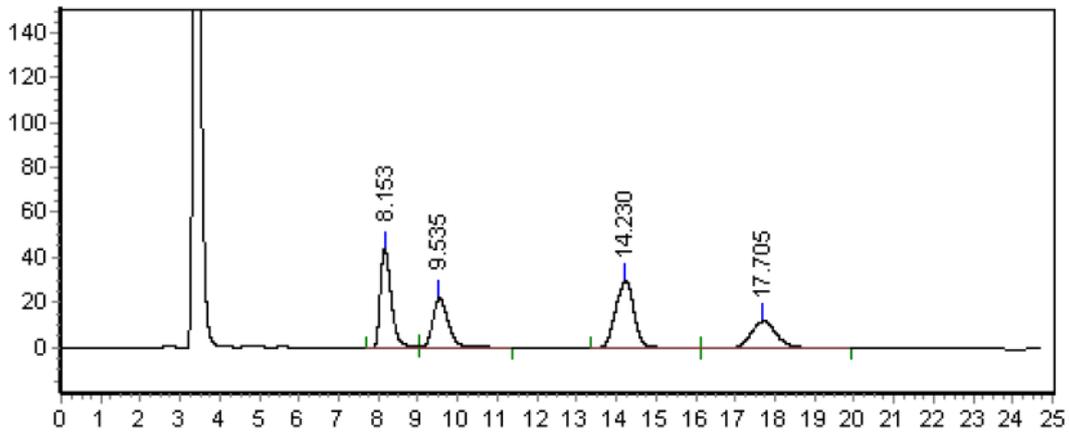


图 2. 四种糖类物质混标高效液相色谱图

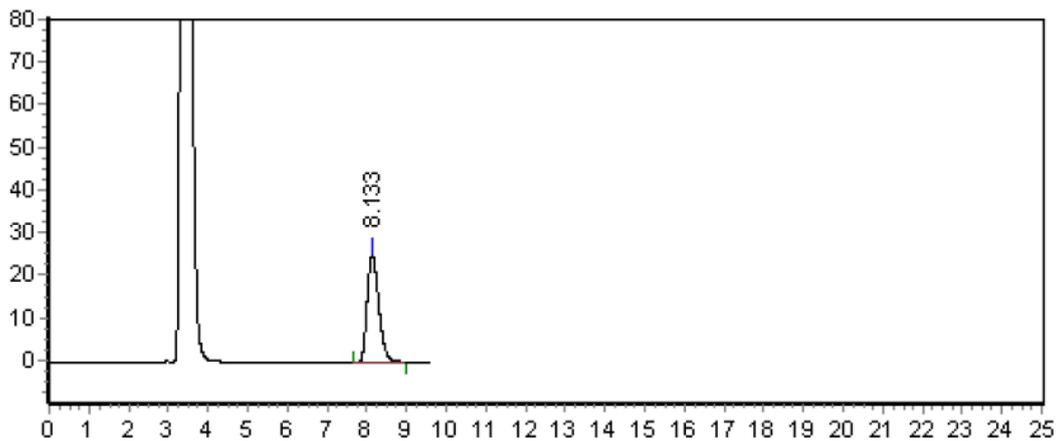


图 3. 果糖对照品高效液相色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

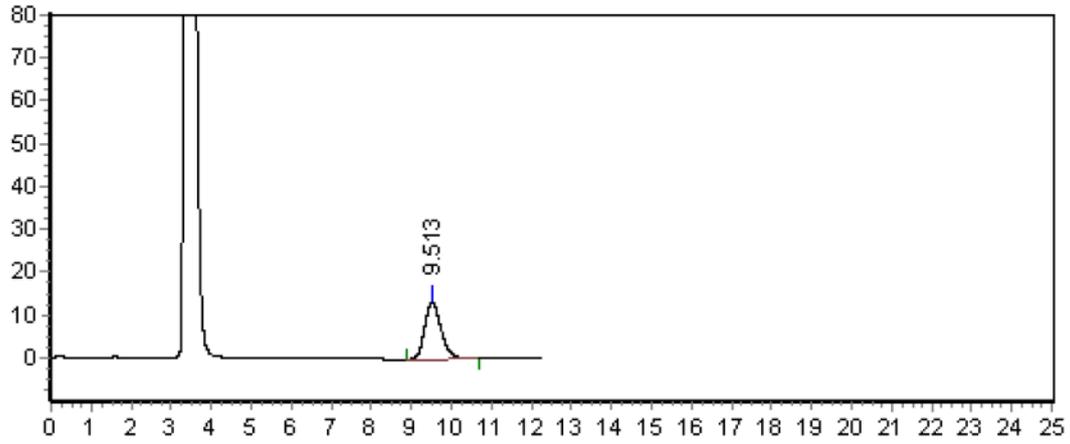


图 4. 葡萄糖对照品高效液相色谱图

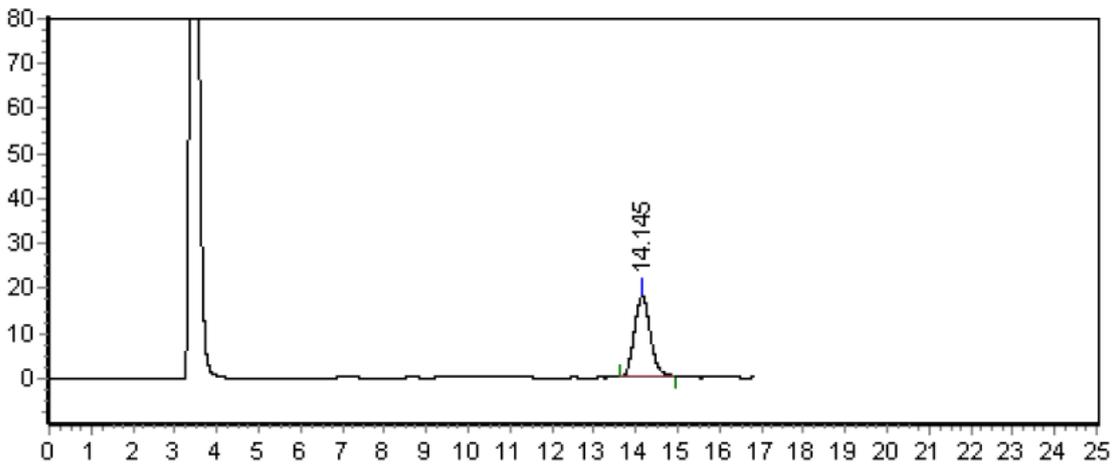


图 5. 蔗糖对照品高效液相色谱图

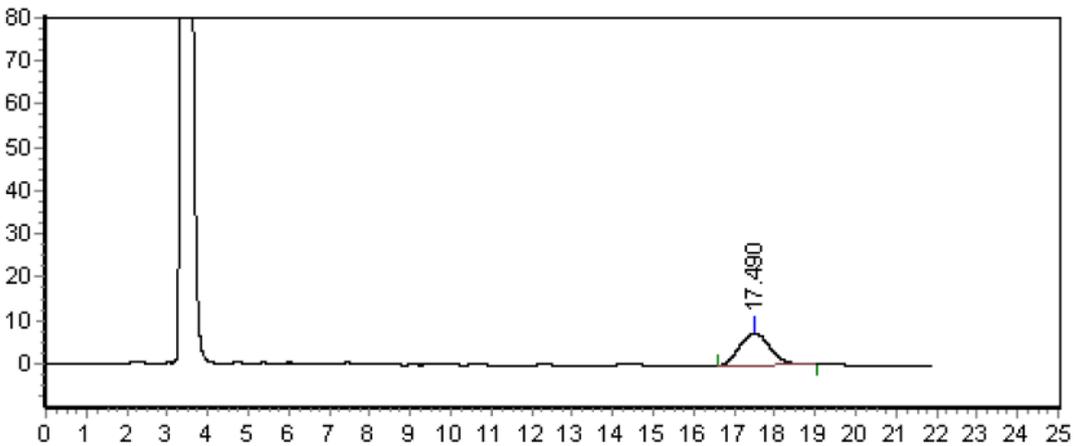


图 6. 麦芽糖对照品高效液相色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

结论

本实验参照 GB/T18932.22-2003 方法, 选用 Innoval NH₂ 色谱柱(5 μm; 100 Å; 4.6 × 300 mm), 对蜂蜜中果糖、葡萄糖、蔗糖及麦芽糖四种糖类物质进行了测定。四种物质分离效果良好, 能够满足检测要求。

相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST000827	果糖	beta-D-Fructopyranose	7660-25-5
1ST3203	葡萄糖	D-Glucose	50-99-7
1ST3204	蔗糖	D-Sucrose	57-50-1
1ST3249	麦芽糖	Maltose	16984-36-4(67-79-4)

相关产品

订货号	产品名称	规格描述	包装数量
IN853005-0	Innoval NH ₂	5 μm, 100 Å, 4.6 × 300 mm	1 支
CC-100	分析型色谱柱温箱	室温+ 5 ~ 50°C, 箱内一对夹套	1 个
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 × 11.6 mm	100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫 45°Shore A; 1.0 mm	100/pk
AS021345	针式过滤器	单膜, 13 mm, 0.45 μm	100 个/包
LZSQ-2ML	一次性注射器	2 mL 无针头	100 支/包
015-4	乙腈	4 L/瓶, UV 级	4 × 4 L/箱

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

食用油中的角鲨烯的测定 气相色谱质谱法

案例来源：博纳艾杰尔；应用编号：RF10004

1. 样品预处理

称取 0.5 g 食用油，加入 1mL 正己烷，摇匀，待净化。

若为加标样，则加入 1mL 角鲨烯标准溶液（溶剂为正己烷），将其摇匀，待净化。

2. SPE 净化过程

固相萃取柱：Cleanert Squalene 专用柱（2 g/12 mL）

将预处理过的油样溶液上样至 Cleanert Squalene 专用柱上，再用 5 mL 正己烷将小柱洗脱，收集洗脱液，将洗脱液于 40°C 下氮吹干；加入 1mL 乙腈重定容，涡旋 1 min，超声 3 min，随后 6000 r/min 离心 3 min，转移上清液进样检测。

3. 色谱条件

3.1 色谱条件

色谱柱：DA-5MS（30m*0.25 mm*0.25 μm）；

程序升温：160°C 15°C/min 300°C（5 min）；

进样量：1 μL；流速：1 mL/min；

进样口温度：300°C；

不分流进样；

接口温度：290°C。

3.2 质谱条件

离子源温度：230°C；四级杆温度：150°C；

溶剂延迟：5.0 min；EM 电压：1565；

采集模式：全扫描/选择离子检测

全扫描范围：45~550 amu

选择离子检测：69/81/136

4. 实验结果

在上述仪器条件下，角鲨烯色谱图见图 1~3，本次实验进行了两个油样平行试验、两个油样加标 10 ppm 角鲨烯的平行试验。试验结果发现，油样中含有一定量的角鲨烯，两个平行试验的结果分别为 3.28 mg/kg、3.16 mg/kg；油样加标回收率分别为 95.7%、91.8%。（由于食用油中含有一定量的角鲨烯，加标回收率是在扣除了油样中角鲨烯含量之后计算得到的）

采用 Cleanert Squalene 专用柱可以较好吸附住油样，而正己烷则将目标物角鲨烯洗脱下来，达到净化的目的。

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

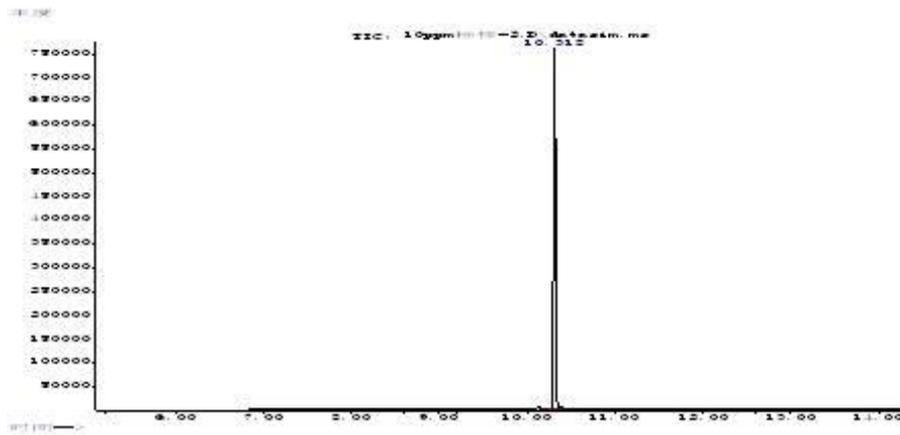


图 1 10 ppm 角鲨烯标样色谱图

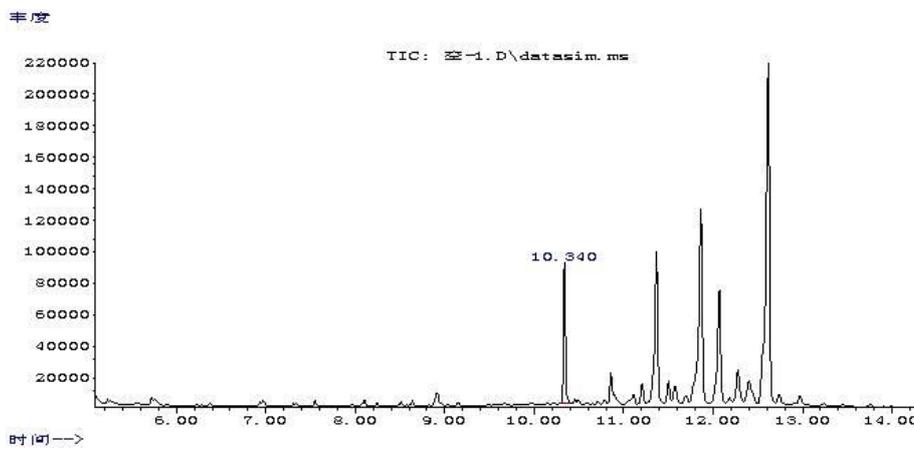


图 2 油样色谱图

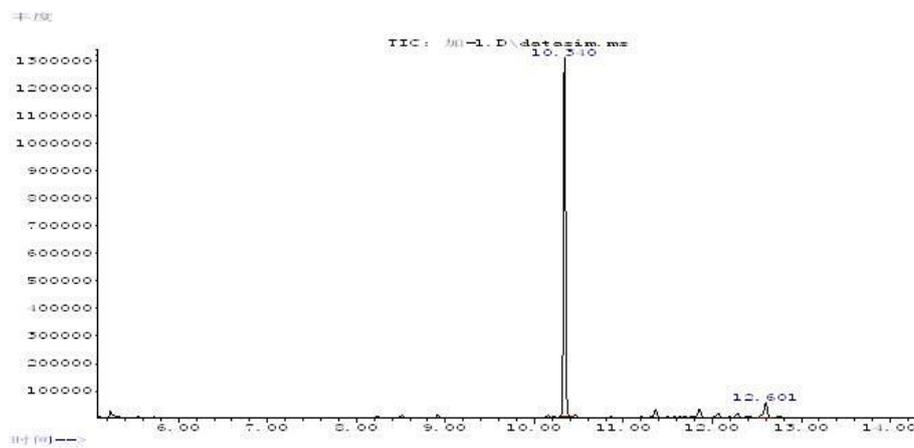


图 3 油样加标色谱图

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST40141	角鲨烯	Trans-Squalene	111-02-4

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn