

高效液相色谱法测定乳制品中泛酸的含量

LC-301

摘要：本文建立了高效液相色谱法测定乳制品中泛酸含量的方法。样品参照 GB 5009.210-2023 《食品安全国家标准 食品中泛酸的测定》中的前处理方式，进行提取、上机分析。结果显示泛酸在 1.0~32.0 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内具有较好的线性关系，线性相关系数 r 为 0.9999，定量限为 0.10 $\mu\text{g/mL}$ 。2 $\mu\text{g/mL}$ 标准品溶液连续进样 6 针，保留时间 RSD% 为 0.13%，峰面积 RSD% 为 0.55%，系统精密度良好。1 $\mu\text{g/mL}$ 、4 $\mu\text{g/mL}$ 、16 $\mu\text{g/mL}$ 加标样品的平均加标回收率分别为 90.43%、92.83%、94.33%。实验表明，该方法完全满足标准，可用于乳制品中泛酸的检测。

关键词：液相色谱仪 泛酸 乳制品

泛酸是一种水溶性 B 族维生素，又名维生素 B₅，其性质偏酸性并广泛存在于多种食物中故命名为泛酸。泛酸是辅酶 A 的成分，参与体内脂肪、蛋白质和能量代谢，因此是维持机体健康和生长不可缺少的物质。

泛酸具有制造及更新身体组织、帮助伤口愈合、抵抗传染病、防止疲劳等功效，被广泛用于乳品。

GB 5009.210-2023《食品安全国家标准 食品中泛酸的测定》中第一法为高效液相色谱法，适用于

婴幼儿配方食品（除特殊医学用途婴儿配方食品外），婴幼儿辅助食品、乳制品、饮料、营养素补充剂中泛酸含量的测定，并对检测限和定量限做了明确的规定。

本实验参照国家标准中的实验条件，使用岛津 i-Series LC-2050 液相色谱仪对乳制品高钙奶中泛酸的含量进行测定，结果表明，该方法检测灵敏度高，重复性好，可以满足标准的检测要求。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 i-Series LC-2050 液相色谱仪（配紫外检测器）

1.2 分析条件

色谱柱：C18 色谱柱 (250 mm×4.6 mm I.D., 5 μm)

流动相：A: 0.02 mol/L 磷酸二氧钾溶液；B: 乙腈

流速：1.0 mL/min

柱温：35°C

检测波长：200 nm

进样体积：10 μL

洗脱方式：等度洗脱，A:B=95:5

1.3 样品前处理

称取 20 g 高钙奶，置于 100 mL 锥形瓶中，加入 30 mL 的 40°C 温水超声提取 20 min，之后取出试样，冷却至室温，用 0.1 mol/L 盐酸溶液调节 PH 值至 5.0，再加入 5 mL 的 0.5 mol/L 硫酸锌溶液，充分混合，转入 50 mL 容量瓶中，用水定容至刻度。转入离心管，3000 r/min 离心 10 min，取上清液过 0.45 μm 滤膜，滤液待上机测定。

■ 结果与讨论

2.1 泛酸标准品溶液色谱图

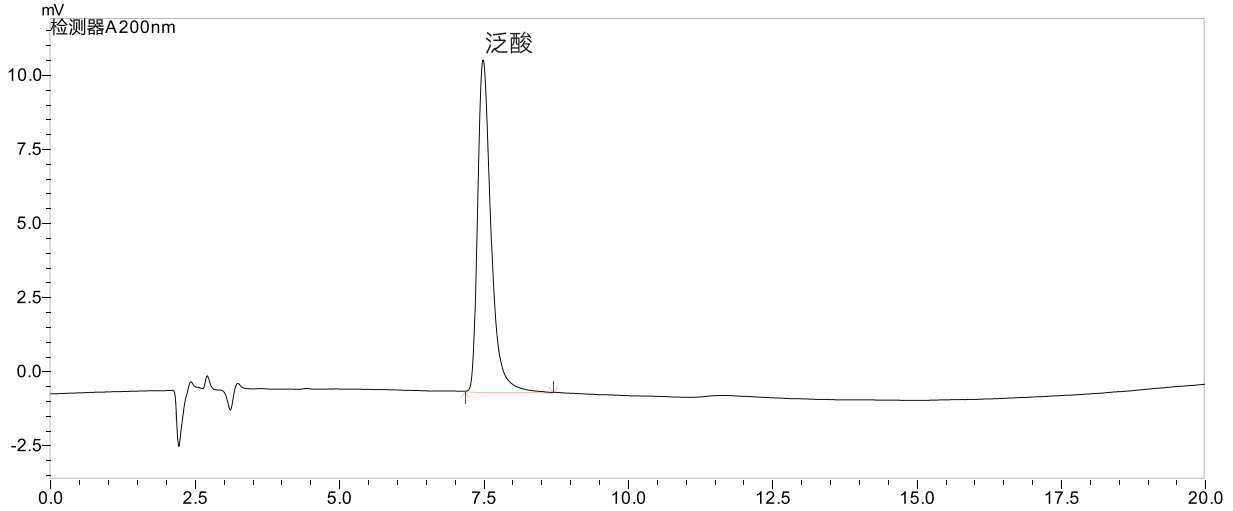


图1 标准品溶液色谱图 (16.0 µg/mL)

2.2 校准曲线和定量限

精密量取泛酸标准品适量，用水稀释成 1.0、2.0、4.0、6.0、8.0、16.0、32.0 µg/mL 六个浓度的标准溶液，取 10 µL 进样，以浓度为横坐标，面积为纵坐标，采用外标法建立校准曲线，结果如图 2 所示。根据 1.0 µg/mL 标样数据，以 10 倍信噪比 (ASTM)，仪器软件计算出定量限，泛酸线性法方程，相关系数以及定量限如表 1 所示。

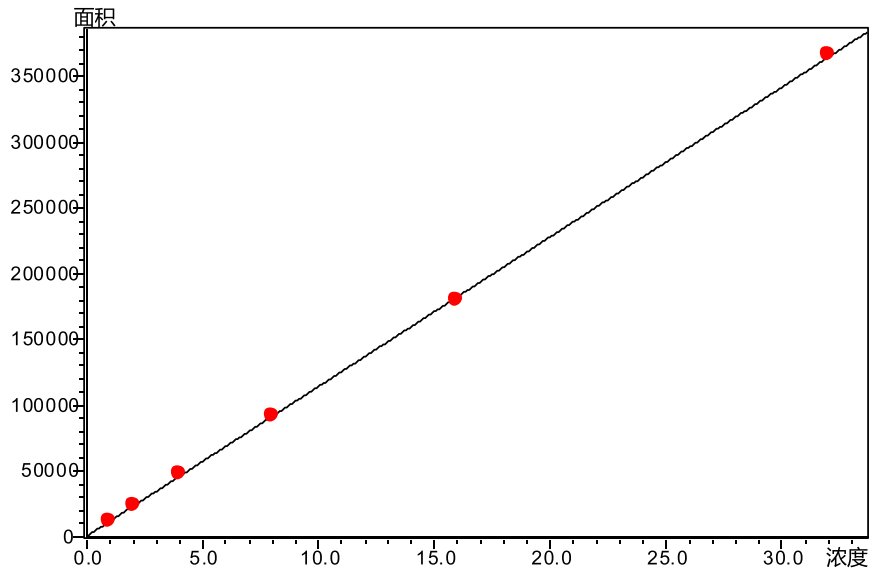


图2 泛酸标准品校准曲线图

表1 校准曲线参数

名称	线性方程	相关系数	定量限 (µg/mL)
泛酸	$Y=11355.2X+967.947$	0.9999	0.10

2.3 重复性实验

取 2.0 μg/mL 标准品溶液连续进样 6 次，考察仪器的重复性，重复性色谱图如图 3 所示。泛酸的保留时间的 RSD% 为 0.13%，峰面积 RSD% 为 0.55%，测定结果见表 2。

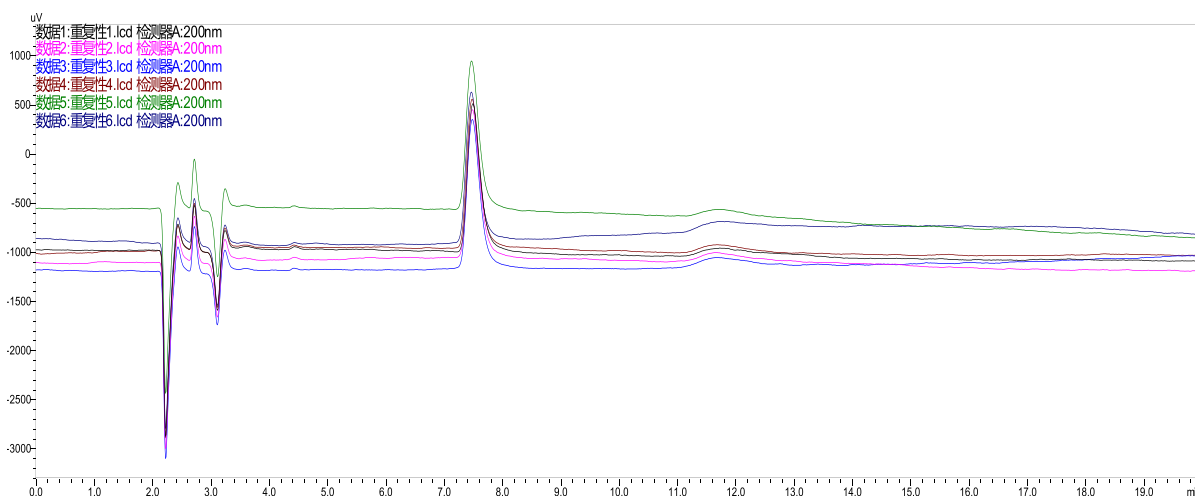


图 3 标准品溶液 6 针重复性色谱图（浓度 2 μg/mL）

表 2 泛酸保留时间和峰面积重复性结果（n=6）

名称	R.T. (RSD%)	Area (RSD%)
泛酸	0.13	0.55

2.4 加标回收率

回收率采用标准添加法计算，称取高钙奶适量，加入一定量标准品，使得样品加标浓度 C 分别为 1 μg/mL、4 μg/mL、16 μg/mL。按照 2 中所述前处理方法，分别对三个浓度处理三个平行加标样品，然后按 1.2 中条件进行测试，高钙奶空白样品平行测定两次，检出浓度 C₀ 为 1.831 μg/mL，加标样品检测浓度为 C₁，回收率计算参照以下公式：

回收率计算公式：回收率 % = (C₁ - C₀) / C * 100%

具体结果如下：1 μg/mL 加标样品的平均加标回收率为 90.43%，三个平行样重复性结果为 1.75%；4 μg/mL 加标样品的平均加标回收率为 92.83%，三个平行样重复性结果为 0.72%，16 μg/mL 加标样品的平均加标回收率为 94.33%，三个平行样重复性结果为 0.34%。结果详见表 3。

表 3 加标回收率（n=3）

名称	添加水平（1 μg/mL）		添加水平（4 μg/mL）		添加水平（16 μg/mL）	
	平均回收率 (%)	RSD (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
泛酸	90.43	1.75	92.83	0.72	94.33	0.34

■ 结论

本文采用岛津 i-Series LC-2050 高效液相色谱仪，参考 GB 5009.210-2023 《食品安全国家标准 食品中泛酸的测定》，建立了一种测定乳品中泛酸的检测方法。该方法检测灵敏度高，重复性好，泛酸在 1.0~32.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内具有较好的线性关系，线性相关系数 r 为 0.9999，定量限为 0.10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准品溶液连续进样 6 针，保留时间 RSD% 为 0.13%，峰面积 RSD% 为 0.55%，系统精密度良好。1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、4 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、16 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 加标样品的平均加标回收率分别为 90.43%、92.83%、94.33%。实验表明，该方法满足 GB 5009.210-2023 《食品安全国家标准 食品中泛酸的测定》，可用于部分乳制品中泛酸的检测。

岛津应用云

