

利用三重四极杆液质联用仪 LCMS-8060NX 分析食品中的水溶性维生素

01-00033-CN

川岛 美帆

使用益处

- ◆ 可以对含量差异很大的水溶性维生素同时定量。
- ◆ Ion Focus™ 装置可高效地将离子引入 MS，因此，将离子源与 MS 引入部分分开，即可保持极高的灵敏度，同时确保较高的装置稳健性。
- ◆ 即使在测定调制乳粉（婴儿配方奶粉）、乳品原料等复杂食品基质时也有很高的回收率。

前言

维生素按其性质分为水溶性维生素和脂溶性维生素。

水溶性维生素的通用分析方法包括微生物法、荧光法、HPLC 法等多种方法，但这些方法也存在缺点，除了 HPLC 法之外，其他方法只能测定一种维生素，而且分析费时费力。另一方面，虽然 HPLC 法可以同时测定多种维生素，但如果食品中的某些维生素的含量非常低，也可能会干扰复杂基质的分析。

即使在复杂的基质中，LC-MS/MS 法也能选择性地以极高的灵敏度同时对多种维生素进行高效地定量分析。

使用 LC-MS/MS 法测定食品等复杂基质时，则存在 MS 污染的问题。其中的对策之一就是离子源与 MS 的离子引入单元分离，以抑制这种影响。LCMS-8060NX 的 IonFocus 装置将离子源与 MS 引入单元分开，只能将离子高效地引入 MS，因此，就能降低 MS 部分的污染，以极高的灵敏度进行分析。

本文使用 LCMS-8060NX 开发了分析 4 种水溶性维生素的方法，并将其应用于食品中维生素的同时分析。

测定样品

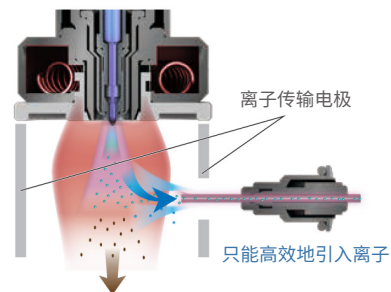
使用 4 份调制乳粉及酸水解的乳品原料样品溶液*1。

分析条件

分析条件如表 1 及表 2 所示。

将使用通过自动 MRM 优化功能选择的值用作各化合物的 MS/MS 参数，但如果是烟酰胺以及泛酸，则要调整到适合待定量试验溶液浓度的标准曲线范围，因此，设定了与所选最佳值不一样的碰撞能量。

LCMS-8060NX 质谱仪中使用的 IonFocus 装置通过聚焦电极只能将离子高效地捕获到质谱仪中，以去除不必要的中性粒子。在本分析条件下，探针位置设为 4.5 mm，使离子喷雾远离离子入口，抑制了 MS 污染，使用 IonFocus 装置取得极高的灵敏度（图 1）。



去除造成污染和基质效应的中性颗粒(基质)。

图 1 IonFocus 装置的概念

表 1 LCMS 分析条件

[HPLC 的条件] (Nexera™ X3)	
色谱柱	L-column3 C18 Metal-free (150 mm L. × 2.0 mm I.D., 3.0 μm)
流动相	A) 10 mmol/L 碳酸氢铵水溶液 B) 乙腈
梯度程序	B 2 % (0-3 min) – B 60 % (4-5 min) – B 98 % (5.01-9 min) – B 2 % (9.01-13 min)
流速	0.35 mL/min
柱温	40°C
进样量	1 μL

[MS 的条件] (LCMS-8060NX)

离子源	: ESI (正极性)
接口电压	: -0.5 kV
模式	: MRM
雾化气流量	: 3.0 L/min
干燥气流量	: 25.0 L/min
加热气流量	: 15.0 L/min
DI/加热模块温度	: 250 °C / 300 °C
接口温度	: 400°C
探针位置	: 4.5 mm

表 2 MS/MS 参数

化合物	定量 MRM 通道 (m/z)	定性 MRM 通道 (m/z)
生物素	245.10>227.00	245.10>96.95
烟酸	124.00>80.00	124.00>78.05
烟酰胺	123.00>79.90	123.00>77.90
泛酸	220.10>89.90	220.10>202.15

■ 标准样品的分析结果

制备标准曲线的标准样品重复分析 3 次，并确认其线性度。图 2 所示为利用最低浓度标准点的色谱图以及外标法创建的标准曲线。表 3 对标准曲线范围作了总结。

所有标准点准确度都在 80 ~ 120% 以内且峰面积重复性均在 20% 以下。所有成分都获得了良好的线性度，相关系数 R 为 0.998 以上。

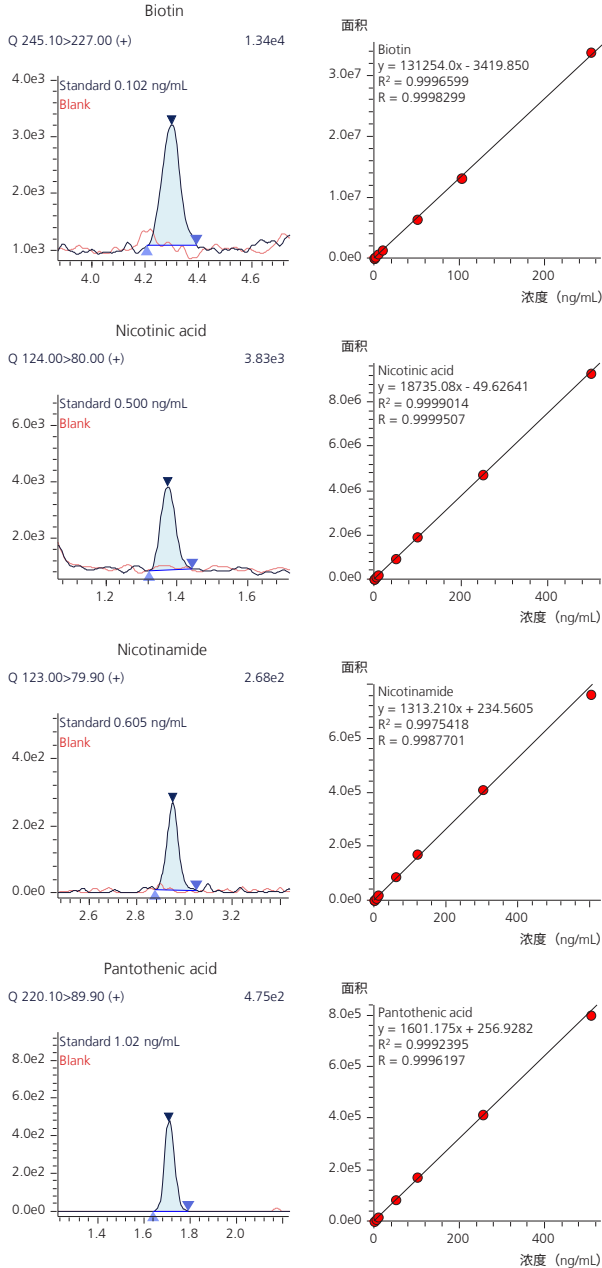


图 2 色谱图及标准曲线

表 3 各水溶性维生素的标准曲线范围 (ng/mL)

化合物	校准曲线 (ng/mL)	相关系数 (R)
生物素	0.102 - 254	0.999
烟酸	0.500 - 500	0.999
烟酰胺	0.605 - 605	0.998
泛酸	1.02 - 510	0.999

*1 本文中所使用的试验溶液由森永乳业株式会社提供。对此深表感谢。LCMS、IonFocus 以及 Nexera 是株式会社岛津制作所在日本及其他国家的商标。L-column 是化学物质评价研究机构在日本及其他国家的商标。

■ 乳品原料的分析结果

将各试验溶液重复分析 3 次，对各种水溶性维生素定量。图 3 所示分析乳品原料时的色谱图。表 4 所示为微生物定量法和定量值的比较结果。

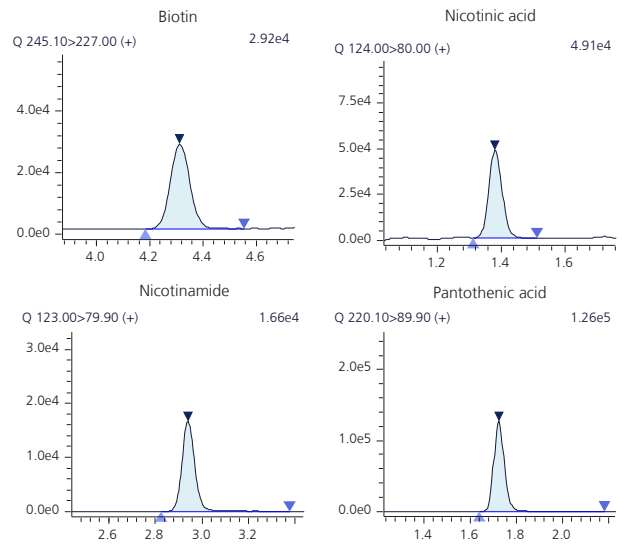


图 3 乳品原料中各种水溶性维生素的色谱图

表 4 LC-MS/MS 法和微生物定量法比较

化合物	LC-MS/MS 法	微生物定量法
生物素	56.24	60.8
烟酸*	242.45	274.7
泛酸	1.14	1.33

* 烟酸是尼克酸和烟酰胺的合计数

■ 调制乳粉及乳品原料的加标回收试验结果

向各试验溶液中添加水溶性维生素，进行加标回收试验。其结果如表 5 所示。

表 5 各试验溶液的加标回收率

化合物	调制乳粉 01	调制乳粉 02	调制乳粉 03	调制乳粉 04	乳品原料
生物素	79.4 %	86.0 %	52.9 %	84.4 %	76.1 %
烟酸	90.6 %	112.0 %	91.2 %	89.7 %	102.8 %
烟酰胺	89.1 %	98.0 %	115.6 %	92.4 %	88.8 %
泛酸	80.8 %	103.6 %	103.2 %	87.5 %	98.7 %

■ 结论

开发了利用 LC-MS/MS 对水溶性维生素进行同时分析的方法。通过本分析方法，即使在调制乳粉和乳品原料等复杂基质中，也可以准确定量水溶性维生素。

岛津应用云



岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话：800-810-0439
400-650-0439

免责声明：

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；
* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2021 年 3 月