

离子色谱法测定婴幼儿食品和乳品中胆碱含量

LC-374

摘要： 本文使用离子色谱仪，建立了婴幼儿食品和乳品中胆碱的检测方法。本方法参考中华人民共和国国家卫生健康委员会国家市场监督管理总局发布的《GB 5413.20-2022 食品安全国家标准婴幼儿食品和乳品中胆碱的测定 离子色谱法》，在 0.2~5.0 mg/L 浓度范围内建立校准曲线，胆碱的线性相关系数均在 0.999 以上，线性良好。胆碱（本文均以胆碱氢氧化物计）方法检出限为 0.145 mg/100 g，方法定量限为 0.485 mg/100 g，在重复性实验中，保留时间和峰面积重复性良好。加标回收实验中，各组分回收及精密度良好。该方法简单方便，能有效检测婴幼儿食品和乳品中胆碱的含量。

关键词： 婴幼儿食品 乳品 离子色谱仪 胆碱

技术特点：

- ❖ 使用 C18 固相萃取柱净化，有效排除食品样品的基质干扰。
- ❖ 胆碱在色谱柱上专属性良好，无干扰。
- ❖ 方法检出限和定量限均优于标准要求。

胆碱，是带正电荷的四价碱基，是所有生物膜的组成成分和胆碱能神经元中的乙酰胆碱的前体。胆碱对婴幼儿的发育及其重要，尤其是在大脑发育阶段，它能影响神经管的闭合、终生记忆力和学习能力。为保证婴幼儿食品和乳品的质量，需要对婴幼儿食品和乳品中胆碱的含量进行监测。目前，婴幼儿食品和乳品中胆碱的含量检测可依照《GB5413.20-2022 食品安

全国家标准婴幼儿食品和乳品中胆碱的测定》，本文依据此标准第二法 - 离子色谱法，建立了一套快速、准确分析婴幼儿食品和乳品中胆碱含量的检测方法，该方法抗基质干扰能力强，检出限低，重现性好，回收率高，从而为婴幼儿食品和乳品中胆碱含量的监测提供依据。

■ 实验部分

1.1 仪器

本文使用岛津 HIC-SP 离子色谱仪，配置信息如下：

系统控制器：	CBM-20A	脱气机：	DGU-20A ₅
输液泵：	LC-20AD	柱温箱：	CTO-20AC
自动进样器：	SIL-20AC	检测器：	CDD-10A vp
色谱工作站：	LCsolution Version 6.82		:

1.2 分析条件

色谱柱：	Shim-pack IC-C4 (150 mm x 4.6 mm I.D., 7 μm, 岛津(上海)实验器材有限公司, P/N: 228-41616-91)		
流动相：	甲磺酸淋洗液, $c(\text{CH}_4\text{O}_3\text{S}) = 2.5 \text{ mmol/L}$		
流速：	1 mL/min	柱温：	30°C
进样体积：	25 μL	洗脱方式：	等度洗脱
抑制电流：	10 mA		

1.3 标准溶液的配置

将胆碱化合物标准物质用 15 mmol/L 甲磺酸溶液配制成浓度为 0.2 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.5 mg/L、5.0 mg/L 的标准工作溶液，待上机分析。

1.4 样品前处理方法

准确称取 10 g（精确至 0.001 g）混合均匀的液体试样于 50 mL 比色管中，加入 1.7 mol/L 的盐酸溶液 15 mL，加盖，混匀后放入 70°C ± 2°C 水浴中水解 3 h（每 30 min 摇一次）。水解液冷却至室温，转移至 50 mL 容量瓶并用水定容至刻度，混匀。再用水稀释 50 倍，取稀释后的溶液约 15 mL 过 0.45 μm 水性滤膜和 C18 固相萃取小柱，弃去前 3 mL，收集洗脱液待测。

■ 结果讨论

2.1 专属性

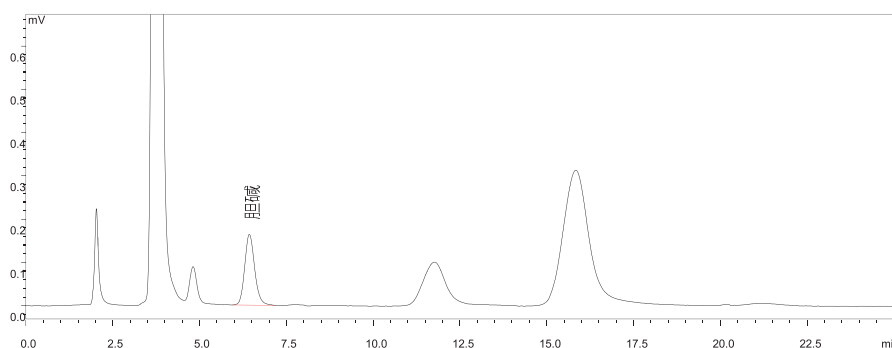


图 1 胆碱溶液色谱图 (1.0 mg/L)

表 1 专属性相关信息

化合物名称	与前峰分离度	与后峰分离度	信噪比 (S/N)	检出限 (mg/L)
胆碱	3.627	6.344	559.53	0.006

如图 1 和表 1 所示，胆碱与系统峰分离度良好，在标准 GB 5413.20-2022 中（15 其他），当液体试样称样量为 10 g 时，方法检出限为 0.5 mg/100 g，则根据 1.4 前处理的稀释倍数计算溶液检出限为 0.02 mg/L，本方法进样 25 μL 相对于标准参考方法进样 100 μL 的情况下，仍然优于标准要求。

2.2 线性范围

取 1.3 的标准工作溶液，按照 1.2 分析条件进样分析，以目标物浓度为横坐标，目标物峰面积为纵坐标，以外标法绘制标准曲线，所得校准曲线线性关系良好，线性相关系数 $r = 0.9999$ 。曲线结果如下图、线性方程及相关系数如下表 2 所示。

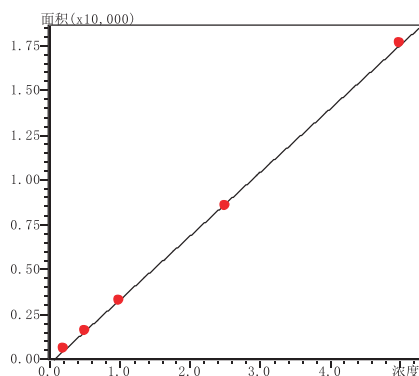


图 2 胆碱校准曲线

表 2 校准曲线相关信息

化合物名称	相关系数 (r)	准确度 (%)	检出限 (mg/100 g)	定量限 (mg/100 g)
胆碱	0.9999	98.8-103.3	0.145	0.485

2.3 重复性结果

取 0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.5 mg/L 三种浓度的胆碱标准工作溶液重复进样 6 次，考察仪器重复性。结果表明，胆碱离子保留时间相对标准偏差在 0.009~0.011% 间，峰面积的相对标准偏差在 0.31~1.37% 间，方法重复性良好，仪器精密度良好，结果见表 3。

表 3 重复性测试 (n=6)

化合物名称	RSD% (0.50 mg/L)		RSD% (1.00 mg/L)		RSD% (2.50 mg/L)	
	R.T.	Area	R.T.	Area	R.T.	Area
胆碱	0.011	1.37	0.011	1.14	0.009	0.31

2.4 实际样品测试及加标回收率结果

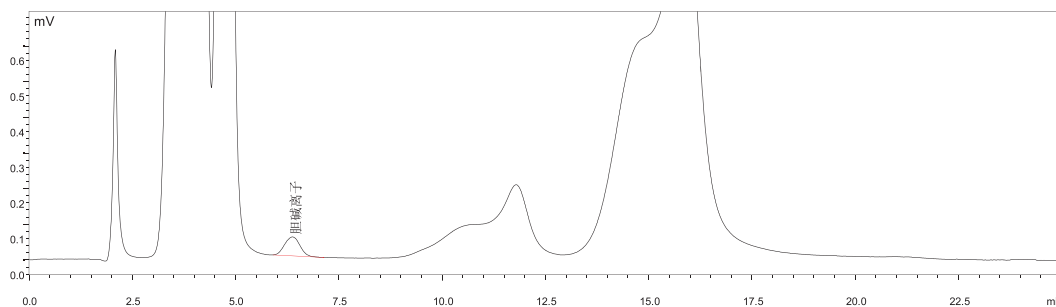


图 3 实际样品色谱图

按照 1.4 的前处理方法处理样品和加标样品，三个水平加标浓度如下表 4 所示。结果表明，各水平的加标回收率在 92.5~95.4% 之间，相对标准偏差 RSD% 在 0.55~0.76% 之间。实际样品中胆碱的浓度及加标回收率见表 4。

表 4 实际样品中胆碱浓度和加标回收率 (n=6)

化合物名称	加标量 (mg/100 g)	平均样品浓度 (mg/100 g)	加标后样品平均浓度 (mg/100 g)	平均回收率 (%)	RSD (%)
胆碱	12.5		22.9	92.5	0.61
	25.0	11.3	35.1	95.4	0.76
	37.5		47.0	95.3	0.55

$$\text{计算公式为: } X = \frac{(c \times V \times f \times 100)}{m \times 1000}$$

- 式中：
- X —— 试样中胆碱的含量，单位为毫克每百克 (mg/100 g) ；
 - c —— 由标准曲线得到的试样溶液中胆碱的浓度，单位为毫克每升 mg/L；
 - V —— 定容的体积，单位为毫升 (mL) ；
 - f —— 稀释倍数；
 - 100 —— 换算系数；
 - m —— 试样的取样量，单位为克 (g) ；
 - 1000 —— 换算系数。

计算结果保留三位有效数字。

■ 结论

本文利用岛津离子色谱仪，建立一种简便、快速、准确检测婴幼儿食品和乳品中胆碱的测定方法。该方法采用外标法定量，保留时间和峰面积重复性良好。加标回收实验中，胆碱的回收率在 92.5~95.4% 之间，回收及精密度良好。该方法操作简捷，且本方法中检出限、线性、重复性等均优于标准相关要求。

岛津应用云

