

LC-MS/MS 测定婴幼儿配方乳粉中左旋肉碱的含量

LCMSMS-809

摘要： 本文使用岛津三重四极杆液质联用仪测定婴幼儿配方乳粉中左旋肉碱的含量。在 10~1000 ng/mL 浓度范围内线性关系良好，相关系数大于 0.999，检出限为 0.09 ng/mL，定量限为 0.27 ng/mL。10 ng/mL 标准品溶液连续进样 6 针，峰面积 RSD 为 1.90%。三个浓度水平的加标回收率为 99.99~105.11%。该方法灵敏度高，重复性好，能够有效的测定婴幼儿配方乳粉中左旋肉碱的含量。

关键词： 左旋肉碱 婴幼儿配方乳粉 液质联用法

技术特点：

- ❖ 此方法前处理使用微波提取法，样品回收率好，干扰少。
- ❖ 此方法使用强阳离子交换色谱柱，有效提高了左旋肉碱在色谱柱上的保留，减少了干扰。

左旋肉碱又称 L-肉毒碱、维生素 bt，化学式是 $C_7H_{15}NO_3$ ，是一种类维生素的氨基酸衍生物，是生物细胞线粒体中的一种功能成分，在脂肪酸代谢中起重要作用，此外，左旋肉碱在生物体内还具有清除自由基，提高生物体的免疫和抗病能力。

随着左旋肉碱功能研究的不断深入，人们对左旋肉碱的认识不断增多，目前，左旋肉碱已被应用于食品、生物制药等多个领域。在食品领域中，我国全国食品添加剂标准化技术委员会也于 1996 年通过允许饮料、固体饮料、乳饮品、饼干、乳粉中使用左旋肉碱。我国标准《GB 14880-2012 食品安全国家标准 食品营养强化剂使用标准》中严格规定了左旋肉碱允许使用的品种、使用范围及使用量。一些特殊膳食食用食品的国家标准中也规定了左旋肉碱的含量要求：GB 10765-2021、GB 10766-2021、GB 10767-

2021、GB 25596-2010、GB 29922-2013 等标准中均规定左旋肉碱可作为选择性成分添加，最小值不低于 0.3 mg/100 kJ。

本文参考《GB 5009.300-2025 食品安全国家标准 食品中左旋肉碱的测定（第三法）》，使用液相色谱 - 串联质谱法对婴幼儿配方食品中的左旋肉碱进行检测，具有灵敏度高，检测速度快的特点。

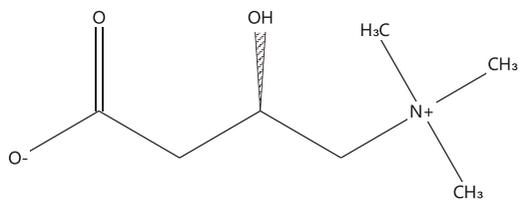


图 1 左旋肉碱

实验部分

1.1 仪器

本实验采用岛津超高效液相色谱仪 LC-30AD 与三重四极杆质谱仪 LCMS-8050 联用系统，配置信息如下：

系统控制器：	CBM-20A	脱气机：	DGU-20A _{SR}
输液泵：	LC-30AD×2	柱温箱：	CTO-30A
自动进样器：	SIL-30AC	质谱仪：	LCMS-8050
色谱工作站：	Labsolutions Ver. 5.114		

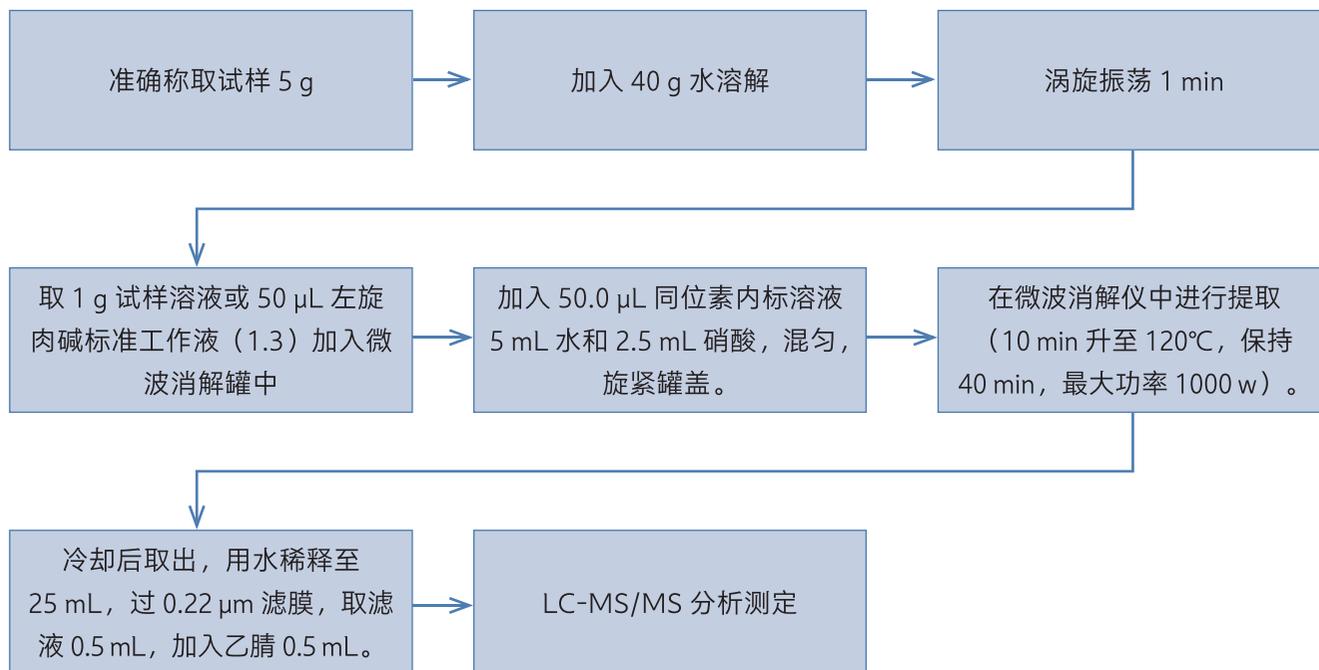


图 2 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

2.1 左旋肉碱标准溶液谱图

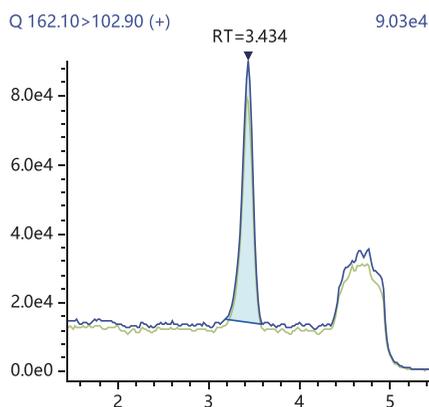


图 3 左旋肉碱标准溶液 MRM 色谱图 (10 ng/mL)

2.2 校准曲线和检出限

按照 1.3 及 1.4 项下分析条件, 标准系列溶液为 10 ng/mL、20 ng/mL、100 ng/mL、200 ng/mL、500 ng/mL、1000 ng/mL, 按照浓度从低到高的顺序依次上机测定, 以系列标准工作液中左旋肉碱的浓度为横坐标, 以左旋肉碱的响应值与内标的响应值的比值为纵坐标, 绘制校准曲线, 如图 3 所示。左旋肉碱在校准曲线浓度范围内线性关系良好, 相关系数 r 大于 0.9996, 各校准点准确度在 91.30%-108.10% 之间。根据左旋肉碱最低浓度点标样数据, 以 3 倍信噪比计算检出限, 检出限及线性相关系数如表 3 所示。

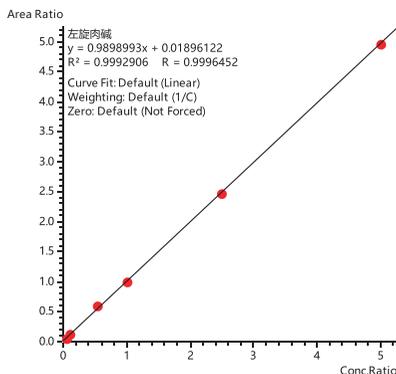


图 4 左旋肉碱标准曲线

表 3 左旋肉碱的校准曲线及检出限

化合物	校准曲线	相关系数 R	准确度 %	检测限 (ng/mL)	定量限 (ng/mL)
左旋肉碱	$Y=(0.989)X+(0.0189)$	0.9996	91.30%-108.10%	0.09	0.27

3.3 重复性实验

取 10 ng/mL 标准品溶液，连续进样 6 次，考察仪器的精密度，左旋肉碱的保留时间及峰面积的 RSD 为 0.21% 和 1.90%。

3.4 样品含量测定

将婴幼儿配方乳粉样品按照上述前处理方法进行处理，上机进行测定，样品中左旋肉碱 MRM 色谱图如图 5 所示。平行测定 6 份样品含量以及考察 RSD，具体结果如表 4 所示。

表 4 6 份平行样品左旋肉碱含量结果

名称	称样质量 g	定容体积 mL	稀释倍数	浓度 ng/mL	含量 μg/100 g	平均值 μg/100 g	RSD%
平行样 1	5.1120	25.00	90	411.630	18.12	18.20	1.38
平行样 2	5.0210	25.00	90	410.234	18.38		
平行样 3	5.1100	25.00	90	411.327	18.11		
平行样 4	5.0110	25.00	90	414.519	18.61		
平行样 5	5.1500	25.00	90	411.922	18.00		
平行样 6	5.1620	25.00	90	412.051	17.96		

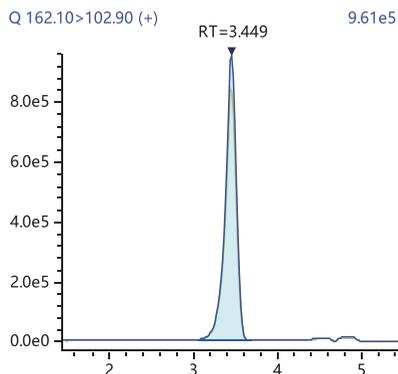


图 5 样品中左旋肉碱 MRM 色谱图

3.5 加标回收率

将婴幼儿配方乳粉样品中分别加入不同浓度水平的左旋肉碱标准品，按照 1.4 的前处理方法处理，根据 3.4 测定出样品中左旋肉碱的含量为 18.20 mg/100 g 以及 GB/T 27404-2008 的要求，选取了方法测定低限、常见限量指标、样品的实测值三个浓度点加标，制备添加量分别是 10 mg/100 g、14 mg/100 g、18 mg/100 g 三个水平的加标样品，平行 6 份样品考察回收率和 RSD，三个不同水平样品的加标回收率在 99.99~105.11% 范围内，RSD 结果如表 5 所示。

表 5 不同浓度水平左旋肉碱添加回收率结果 (n=6)

样品含量 mg/100 g	样品加标平均含量 mg/100 g	加标理论含量 mg/100 g	回收率 %	RSD%
18.20	28.40	10	102.02	1.11
18.20	32.67	14	103.37	1.03
18.20	36.77	18	103.19	1.30

■ 结论

参照《GB 5009.300-2025 食品安全国家标准 食品中左旋肉碱的测定（第三法）》建立了使用岛津三重四极杆液质联用仪测定婴幼儿配方乳粉中左旋肉碱的方法。结果显示：对左旋肉碱标准品溶液进行重复性测试，左旋肉碱的保留时间及峰面积的 RSD 为 0.21% 和 1.90%；以内标法定量，其结果显示校准曲线相关系数大于 0.999；使用 10 ng/mL 标样数据，以 3 倍信噪比（峰至峰）计算左旋肉碱方法检出限与定量限，远优于标准。使用婴幼儿配方乳粉作为加标基质，考察三个不同浓度水平加标回收以及 RSD，结果显示，三个不同水平的加标回收率在 99.99~105.11% 之间；该方法满足《GB 5009.300-2025 食品安全国家标准 食品中左旋肉碱的测定（第三法）》对左旋肉碱定性定量分析的要求。

岛津应用云

