

岛津 Nexera LC-40 测定食品中烟酸和烟酰胺含量

LC-210

摘要：本文建立了高效液相色谱法测定固体饮料中烟酸和烟酰胺含量的方法。样品参照国标《GB 5009.89-2016》中的前处理方式，进行提取、上机分析。结果显示在 1.0-20.0 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内烟酸和烟酰胺具有较好的线性关系，线性相关系数 $r > 0.9999$ ，定量限为 0.07 $\mu\text{g/mL}$ ，加标回收率实验及精密度实验结果均符合标准要求。

关键词：高效液相色谱法 烟酸 烟酰胺

烟酸和其衍生物烟酰胺同属于维生素 B 系列化合物，是人体中不可缺少的营养成分，在促进人体的正常生长发育上起着重要的作用。

临床上主要用于防治糙皮病、口炎、舌炎，病态窦房结综合征，房室传导阻滞等问题。烟酸在动物体内也生成烟酰胺。体内缺乏烟酰胺时会得糙皮病，因此可预防糙皮病。在化妆品中可作为营养性添加剂。此外还用于医药及食品、饲料添加剂。

食品安全国家标准《GB 5009.89-2016》中第二法高效液相色谱方法，适用于对强化食品中烟酸和烟酰胺含量的测定，并对检测限和定量限做了明确的规定。

本实验参照标准中的实验条件，使用岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱仪对固体饮料中烟酸和烟酰胺含量进行测定，结果表明，该方法检测灵敏度高，重复性好，可以满足标准中的检测要求。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验采用岛津 Nexera LC-40 液相色谱仪，包括 CBM-40Lite 系统控制器，LC-40D XS 输送泵，SIL-40C XS 自动进样器，CTO-40S 柱温箱，SPD-40 检测器，LabSolutions Ver. 5.97 色谱工作站。

1.2 分析条件

色谱柱：Intertsil ODS-SP C18 (250 mm x 4.6 mm I.D., 5 μm)

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 μm 膜过滤，即得

流速：1.0 mL/min

柱温：25°C

检测波长：261 nm

进样体积：10 μL

洗脱方式：等度洗脱

■ 样品前处理

样品前处理参照 GB 5009.89-2016 《食品中烟酸和烟酰胺的测定》

■ 结果与讨论

3.1 标准品溶液色谱图和线性范围

精密量取标准品适量，用水稀释成浓度为 1.0、2.0、5.0、10.0、20.0 $\mu\text{g/mL}$ 五个浓度的标准溶液，按 1.2 中的分析条件进行测定，标准品溶液色谱图如图 1 所示。

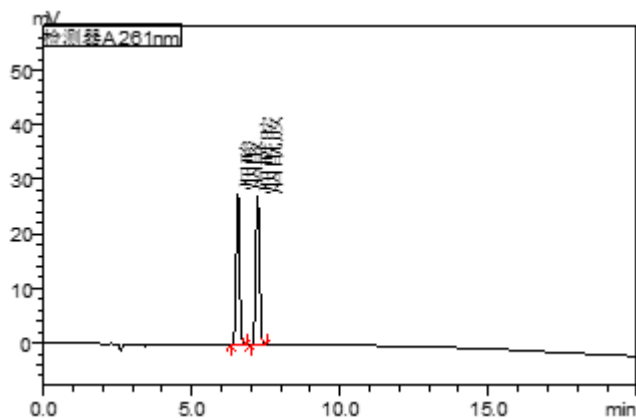


图 1 标准品溶液色谱图 (10.0 $\mu\text{g/mL}$)

以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，采用外标法建立标准曲线，结果如图 2 所示。所得曲线线性关系良好，线性方程、线性范围、相关系数和检出限见表 1，检出限按 3 倍信噪比、定量限按 10 倍信噪比由最低浓度点计算得出。

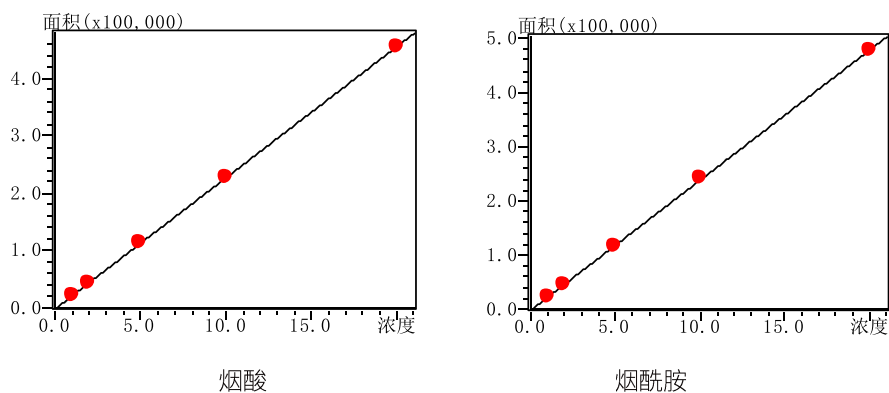


图 2 标准品校准曲线

表 1 校准曲线参数

中文名称	标准曲线	相关系数 r	线性范围 ($\mu\text{g/mL}$)	检出限 ($\mu\text{g/mL}$)	定量限 ($\mu\text{g/mL}$)
烟酸	$Y = 22801.4X - 1168.72$	0.9999	1.0-20.0	0.02	0.07
烟酰胺	$Y = 24023.2X - 1495.78$	0.9999	1.0-20.0	0.02	0.07

3.2 精密度实验

按照 1.2 分析条件测定，选择浓度为 5.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准品溶液连续进样测定 6 次，重复性色谱图如图 3 所示。烟酸、烟酰胺的保留时间 RSD% 分别为 0.04 %、0.02 %；峰面积 RSD% 为 0.13 %、0.07 %，结果见表 2。精密度实验结果表明，Nexera LC-40 高效液相色谱仪具有良好的精密度。

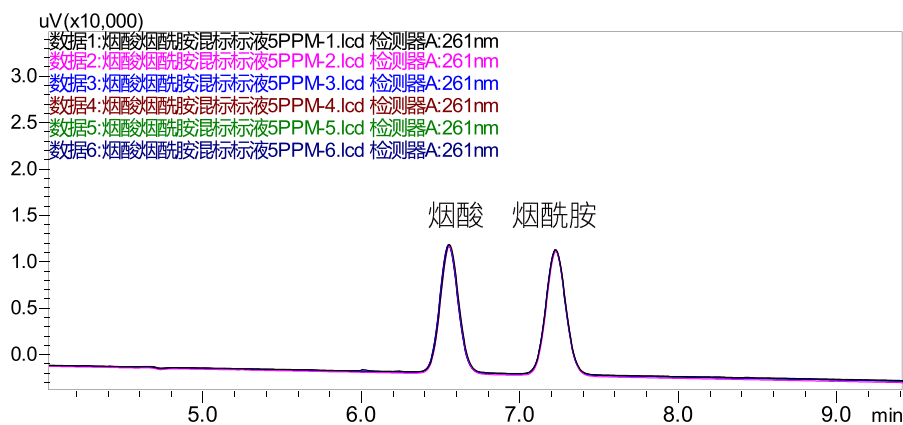


图3 标准品溶液 6 针重复性色谱图 (浓度 5 $\mu\text{g/mL}$)

表 2 保留时间和峰面积重复性结果 (n=6)

名称	RSD% (5 $\mu\text{g/mL}$)	
	R.T.	Area
烟酸	0.04	0.13
烟酰胺	0.02	0.07

3.3 回收率试验

称取固体饮料样品, 加入一定量标准品, 两个化合物的样品加标浓度分别为 4.0、10.0 mg/100 g, 按照 2. 中所述前处理方式每个浓度处理 3 个平行加标样品, 然后按 1.2 中条件进行测试。空白基质样品未检出, 色谱图见图 4, 烟酸、烟酰胺在两个浓度加标样品中平均回收率分别为 85.7%、84.6%, 加标样品色谱图见图 5, 回收率结果详见表 3。

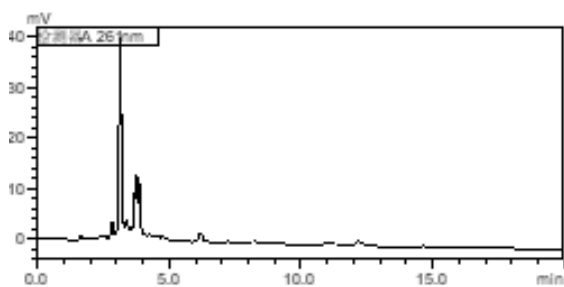


图 4 空白样品色谱图

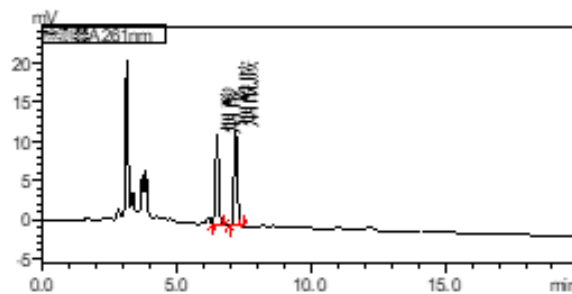


图 5 加标样品色谱图 (加标量 10.0 mg/100g)

表 3 加标回收率 (n=3)

名称	加标水平 (mg/100g)	实际检测样品浓度 (mg/100g)			平均回收率 %	RSD%
		平行 1	平行 2	平行 3		
烟酸	4.0	3.44	3.36	3.43	85.2	1.0
	10.0	8.53	8.62	8.69	86.1	0.8
烟酰胺	4.0	3.20	3.13	3.21	80.0	1.1
	10.0	8.88	8.97	8.94	89.3	0.4

■ 结论

本文采用岛津 Nexera LC-40 高效液相色谱仪，参考食品安全国家标准《GB 5009.89-2016》中的检测方法，建立了一种测定食品中烟酸和烟酰胺的检测方法。该方法检测灵敏度高，重复性好。加标回收实验设置两个浓度 4.0、10.0 mg/100 g，每个浓度处理 3 个平行加标样品，烟酸、烟酰胺在两个浓度加标样品中平均回收率分别为 85.7%、84.6%，连续 6 次进样烟酸、烟酰胺的保留时间 RSD% 分别为 0.04 %、0.02 %；峰面积 RSD% 为 0.13 %、0.07 %，系统精密度良好。实验表明，该方法完全满足标准中的各项规定。

岛津应用云

