

奶粉中核苷酸的测定 GB 5413.40-2016

1、适用范围

适用于奶粉中 4 种核苷酸的测定（该实验选用基质为奶粉）

参考标准：《GB 5413.40-2016 食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中核苷酸的测定》

2、溶液的配制

1) 腺嘌呤核苷酸标准贮备液：称取 10mg 标准品，用水稀释至 10mL，浓度为 1000 μ g/mL，作为腺嘌呤核苷酸的贮备液。

尿嘧啶核苷酸标准贮备液：称取 10mg 标准品，用水稀释至 10mL，浓度为 1000 μ g/mL，作为尿嘧啶核苷酸的贮备液。

鸟嘌呤核苷酸标准贮备液：称取 10mg 标准品，用水稀释至 10mL，浓度为 1000 μ g/mL，作为鸟嘌呤核苷酸的贮备液。

次黄嘌呤核苷酸标准贮备液：称取 10mg 标准品，用水稀释至 10mL，浓度为 1000 μ g/mL，作为次黄嘌呤核苷酸的贮备液。

2) 4 种核苷酸混合标准工作液：准确移取腺嘌呤核苷酸、尿嘧啶核苷酸、鸟嘌呤核苷酸和次黄嘌呤核苷酸标准贮备液各 1mL，用水稀释至 10mL，浓度为 100 μ g/mL，作为 4 种核苷酸混合标准工作液。

3) 10%醋酸：10mL 醋酸用水定容至 100mL。

4) 流动相：称取 1.360g 磷酸二氢钾加 0.4753g 四丁基硫酸铵加 950mL 水溶解，用磷酸氢二钾溶液调 pH 至 3.2，用水定容至 1000mL，过 0.45 μ m 水膜，再加 40mL 甲醇混匀。

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel: 400-810-6969

邮编：321000

E-mail: Lingyuyu@welchmat.com

5) 磷酸氢二钾溶液 (0.1mol/L): 称取 2.28g 磷酸氢二钾, 用水溶解并定容至 100mL。

3、提取步骤

称取奶粉 5g 置于 50mL 离心管中, 用 50° 水振荡溶解, 超声 10min, 用 10%醋酸调 pH 至 4.1, 用水定容至 50mL, 6000rpm 下离心 5min, 过 0.45 μ m 水膜供液相检测

4、注意事项

1) 加标水平: 5g 样中加入 0.25mL 100 μ g/mL 标准工作液, 定容至 50mL, 因此加标水平为 5mg/kg, 最终机度数为 0.5mg/L。

5、色谱条件

色谱柱: 月旭 Ultimate® AQ-C18, 4.6 $\times$ 250mm, 5 μ m

流动相: 称取 1.360g 磷酸二氢钾加 0.4753g 四丁基硫酸铵加 950mL 水溶解, 用磷酸氢二钾溶液调 pH 至 3.2, 用水定容至 1000mL, 过 0.45 μ m 水膜, 再加 40mL 甲醇混匀

流速: 1.000mL/min

柱温: 30°C

进样量: 20 μ L

检测波长: 254nm

6、色谱图或者加标回收率结果

声明:除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:Lingyuyu@welchmat.com

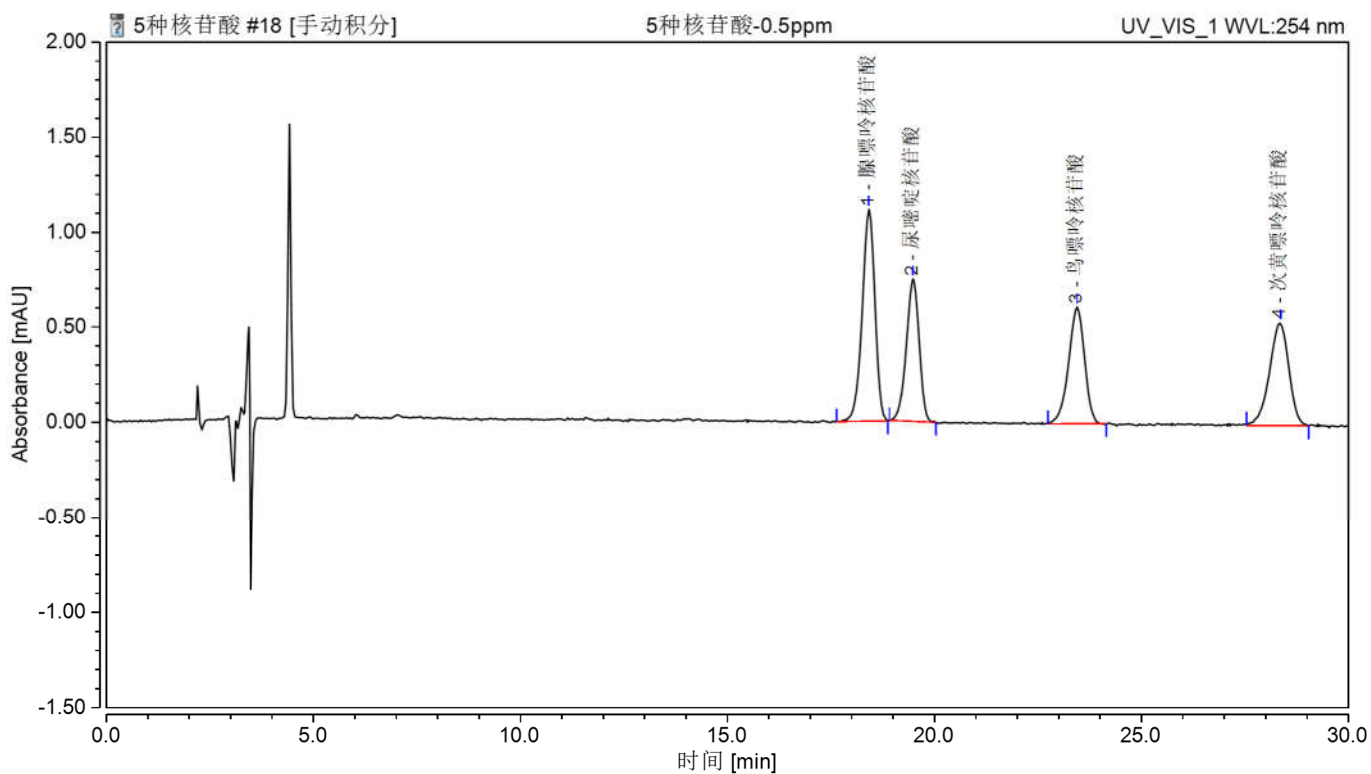


图 1. 4 种核苷酸 0.5mg/L 图谱

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	分离度	塔板数
	min	mAU*min	mAU	%		(EP)	(EP)
腺嘌呤核苷酸	18.415	0.396	1.117	32.19	0.87	1.91	17778
尿嘧啶核苷酸	19.482	0.268	0.746	21.80	0.89	6.26	18814
鸟嘌呤核苷酸	23.447	0.273	0.612	22.24	0.83	6.36	17887
次黄嘌呤核苷酸	28.353	0.292	0.539	23.77	0.80	n.a.	18002

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:Lingyuyu@welchmat.com

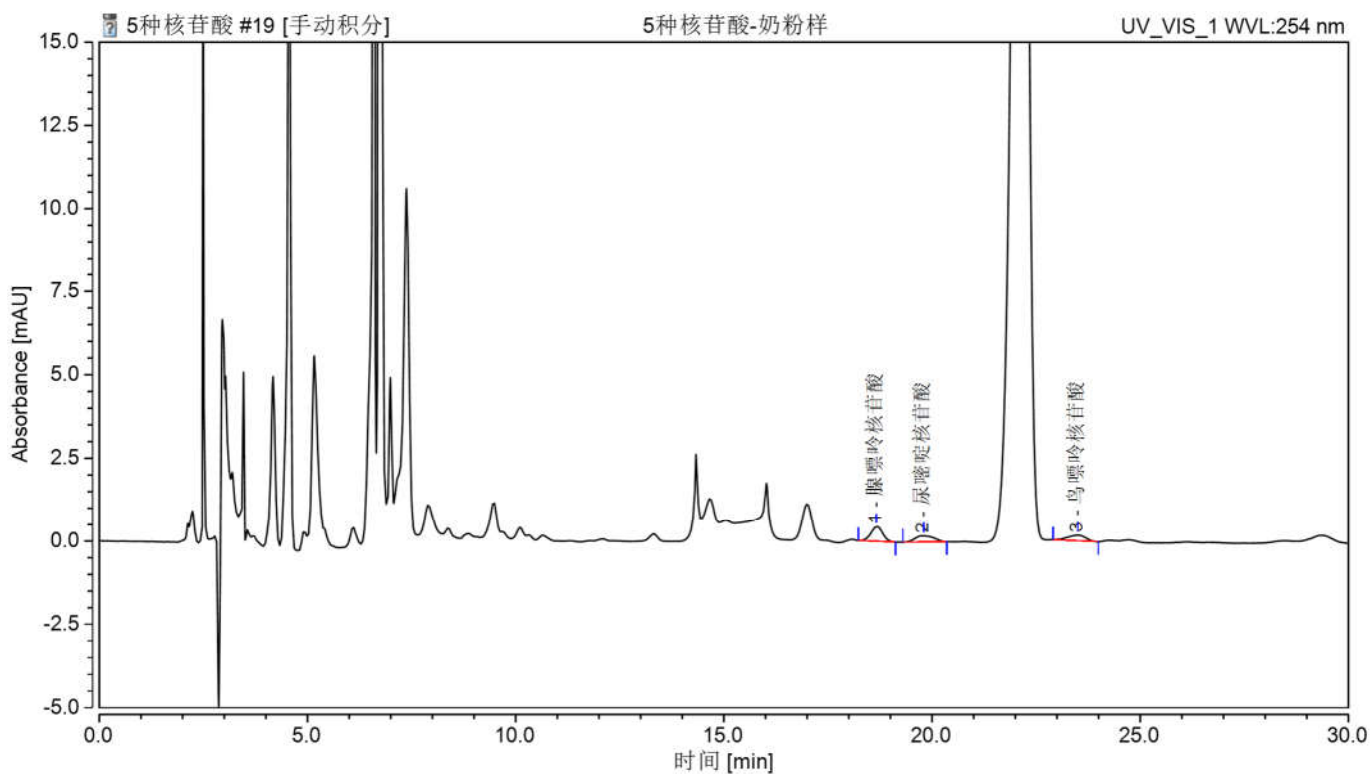


图 2.奶粉样空白过柱图谱

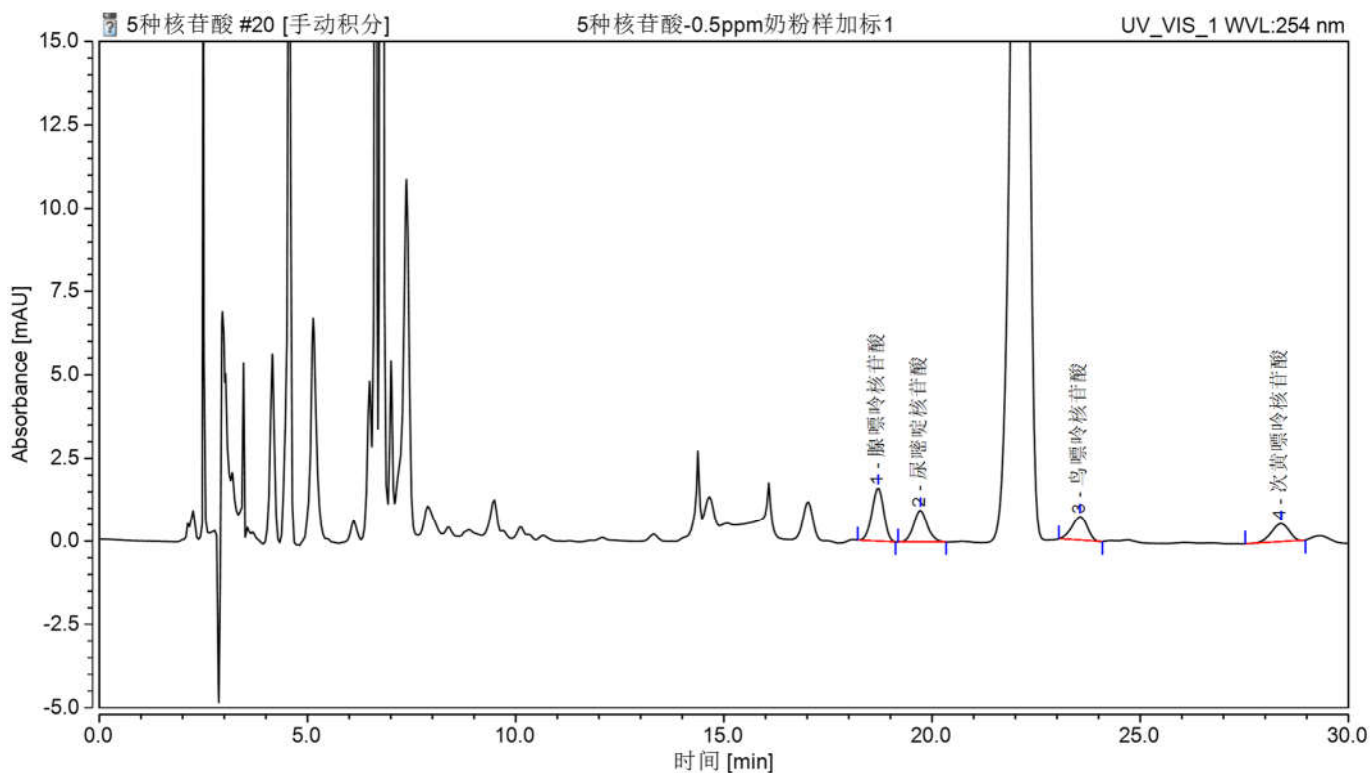


图 3. 奶粉样加标 5mg/kg 图谱

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:Lingyuyu@welchmat.com

表 1.加标回收率表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% (n=2)
腺嘌呤核苷酸	5	99.57	2.15
尿嘧啶核苷酸	5	105.24	2.53
鸟嘌呤核苷酸	5	92.51	1.09
次黄嘌呤核苷酸	5	90.52	0.21

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00000-30016	50mL 螺口尖底离心管	50 支/包
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2mL 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00207-31043	液相色谱柱	Ultimate®AQ-C18, 4.6×250mm, 5μm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk
	腺嘌呤核苷酸标准品	CAS:61-19-8
	尿嘧啶核苷酸标准品	CAS:58-97-9
	鸟嘌呤核苷酸标准品	CAS:5550-12-9
	次黄嘌呤核苷酸标准品	CAS:131-99-7

声明:除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:Lingyuyu@welchmat.com