

可乐中左旋肉碱的测定 SN/T 5146-2019

1、适用范围

适用于乳粉、饮料等食品中左旋肉碱的测定（该实验选用基质为可乐）

参考标准：《SN/T 5146-2019 出口食品中左旋肉碱的测定 高效液相色谱和液相色谱-质谱/质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 乙腈溶液：量取 90mL 乙腈加入 10mL 水，超声混匀备用。
- 2) 标准工作液：称取左旋肉碱 10mg，用乙腈溶液溶解并定容至 10mL，浓度为 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，于 4°C 避光储存。
- 3) 淋洗液：量取 5mL 甲醇与 95mL 水混合。
- 4) 磷酸二氢钾缓冲液：称取 6.80g 磷酸二氢钾，用 1000mL 水溶解，用磷酸调节 pH 至 2.8。
- 5) 1mol/L 盐酸溶液：取 9mL 盐酸，加水至 100mL。
- 6) 0.1mol/L 盐酸溶液：取 0.9mL 盐酸，加水至 100mL。
- 7) 1mol/L 氢氧化钾溶液：称取 2.8g 氢氧化钾，加水定容至 50mL。
- 8) 4%氨水甲醇溶液：取 2mL 氨水，加甲醇定容至 50mL。
- 9) 衍生剂：称取 0.45g L-丙酰胺- β 萘胺，加乙腈溶解至 100mL。
- 10) 催化剂I：称取 0.50g 三乙胺，加三氯甲烷混匀定容至 100mL。
- 11) 催化剂II：称取 0.50g 氯甲酸丁酯，加三氯甲烷混匀定容至 100mL。
- 12) 碳酸氢钠溶液：称取 0.42g 碳酸氢钠，加水溶解至 100mL。



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: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼 邮编：201600

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编：321000

Tel: 400-810-6969 E-mail: lingyuyu@welchmat.com

3、提取步骤

准确称取试样 5g（精确至 0.01g），加入 20mL 0.1mol/L 盐酸溶液，超声 1min，加入 5mL 1mol/L 氢氧化钾溶液，涡旋混匀，于 60°C 水浴皂化 30min，冷却至室温，加入 5mL 1mol/L 盐酸溶液，用 0.1mol/L 盐酸溶液定容至 50mL，涡旋混匀，取 1mL 上清液于 15mL 离心管中，加入 9mL 乙腈，涡旋混匀，待净化。

4、净化

SPE 小柱：月旭 Welchrom® P-SCX 小柱，规格：60mg/3mL

活化：3mL 甲醇，3mL 水，弃去

上样：取 1mL 上样，弃去

淋洗：3mL 淋洗液，弃去，抽干

洗脱：5mL 4%氨水甲醇，收集

洗脱液于 40°C 氮吹至干，待衍生。

5、衍生

在残渣中加入 0.5mL 衍生剂，超声溶解，再依次加入 0.5mL 催化剂I和 0.5mL 催化剂II，涡旋混匀 3min，室温下静置反应 30min 后，加入 1mL 碳酸氢钠溶液涡旋混匀 3min 终止反应。4000r/min 离心 5min，取上层水相过 0.45μm 滤膜待测。

6、注意事项



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: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼 邮编：201600

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编：321000

Tel: 400-810-6969 E-mail: lingyuyu@welchmat.com

1) 加标水平: 5g 样中加入 50 μ L 1mg/mL 标准工作液, 50mL 提取液取 1mL 稀释至 10mL 取 1mL 上样, 复溶 1mL 上机, 因此加标水平为 10mg/kg, 最终机度数为 0.1mg/L。

7、色谱条件

色谱柱: 月旭 Ultimate® XB-C18, 4.6 \times 100mm,5 μ m

流动相: 磷酸二氢钾: 乙腈=75: 25

流速: 0.8mL/min

柱温: 35 $^{\circ}$ C

进样量: 10 μ L

波长: 244nm

8、色谱图或者加标回收率结果

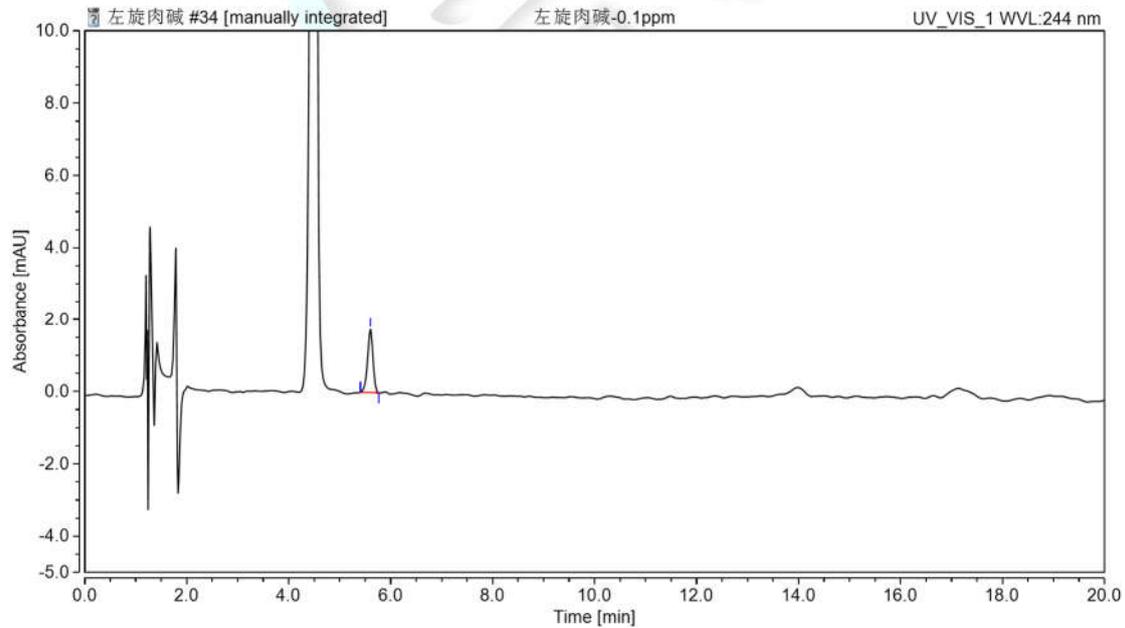


图 1. 左旋肉碱 0.1mg/L 图谱

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	塔板数
-----	------	-----	----	-------	------	-----

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: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾 (中山) 科技园·紫荆园 10 号楼 邮编: 201600

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编: 321000

Tel: 400-810-6969 E-mail: lingyuyu@welchmat.com



	min	mAU*min	mAU	%	EP	(USP)
左旋肉碱	5.602	0.216	1.751	100	0.93	13832

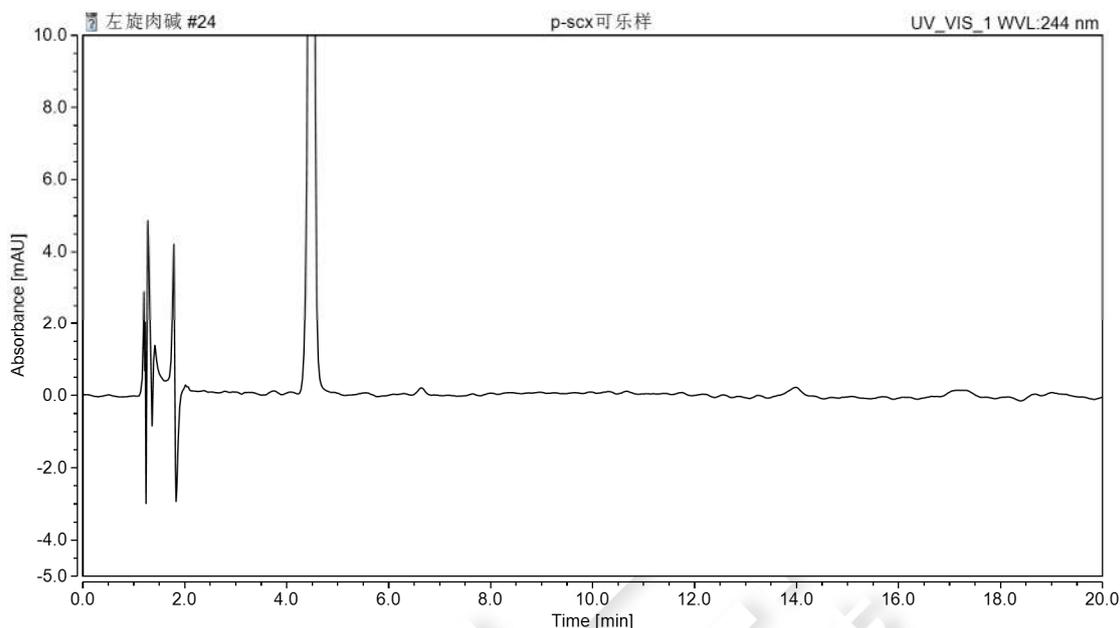


图 2. 可乐样品空白图谱

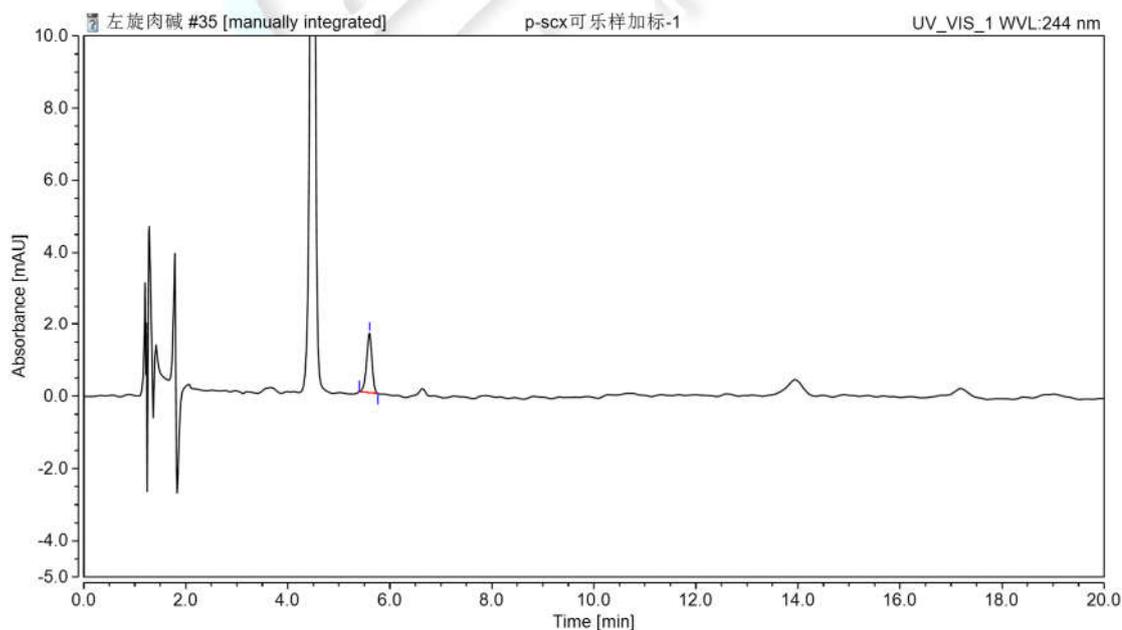


图 3. 可乐样加标 10mg/kg 图谱



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: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼 邮编：201600

Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编：321000

Tel: 400-810-6969 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)
左旋肉碱	10	102	1.32

9、相关产品信息

货号	名称	规格
00523-20016	SPE 小柱	Welchrom® P-SCX,60mg/3mL,50pk
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管,平盖,锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌, 50mL, 50/包
00837-05002	15mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管,平盖,锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌, 15mL, 50/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
00201-31039	液相色谱柱	Ultimate® XB-C18, 4.6×100mm,5μm
	左旋肉碱标准品	CAS 号:541-15-1



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:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼 邮编：201600

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 邮编：321000

Tel: 400-810-6969 E-mail: lingyuyu@welchmat.com