

月旭科技婴幼儿食品和乳品中烟酸、烟酰胺解决方案

(参考标准：GB 5413.15-2010)

一、 试样处理

称取混合均匀固体试样约5.0 g加入约25 mL 45 °C~50 °C的水，再加入约0.5 g 淀粉酶，摇匀后向锥形瓶中充氮，盖上瓶塞，置于50 °C~60 °C的培养箱内培养约30min，取出冷却至室温。将锥形瓶置于超声波振荡器中振荡约10 min。待试样溶液降至室温后，用盐酸调节试样溶液的pH 值至 1.7 ± 0.1 ，放置约2 min 后，再用氢氧化钠溶液调节试样溶液的pH 值至 4.5 ± 0.1 。将试样溶液转至50 mL 容量瓶中，用水反复冲洗锥形瓶，洗液合并于50 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，混匀后经滤纸过滤，滤液再经 $0.45 \mu\text{m}$ 微孔滤膜加压过滤，用试管收集，即为试样待测液。

二、 测定

液相色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate[®]XB-C18($5\mu\text{m}$, $4.6 \times 150 \text{ mm}$)

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，用体积分数为60%的高氯酸调pH至 2.1 ± 0.1 ，经 $0.45 \mu\text{m}$ 膜过滤。

流速：1.0 mL/min

柱温：25 °C

进样量：10 μL

三、 色谱图

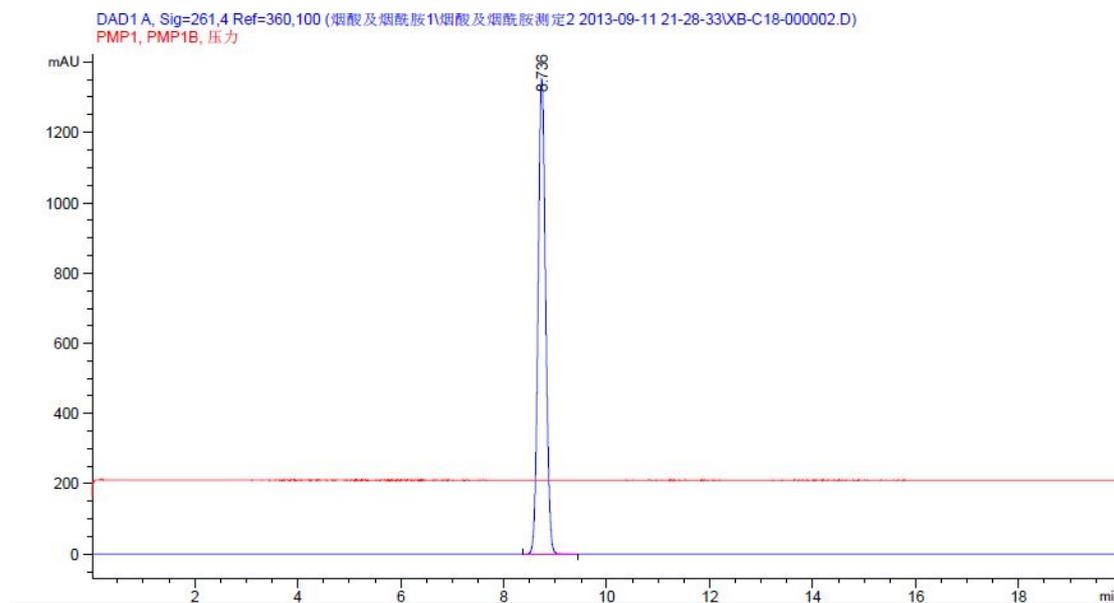


图 1：烟酸标准溶液色谱图

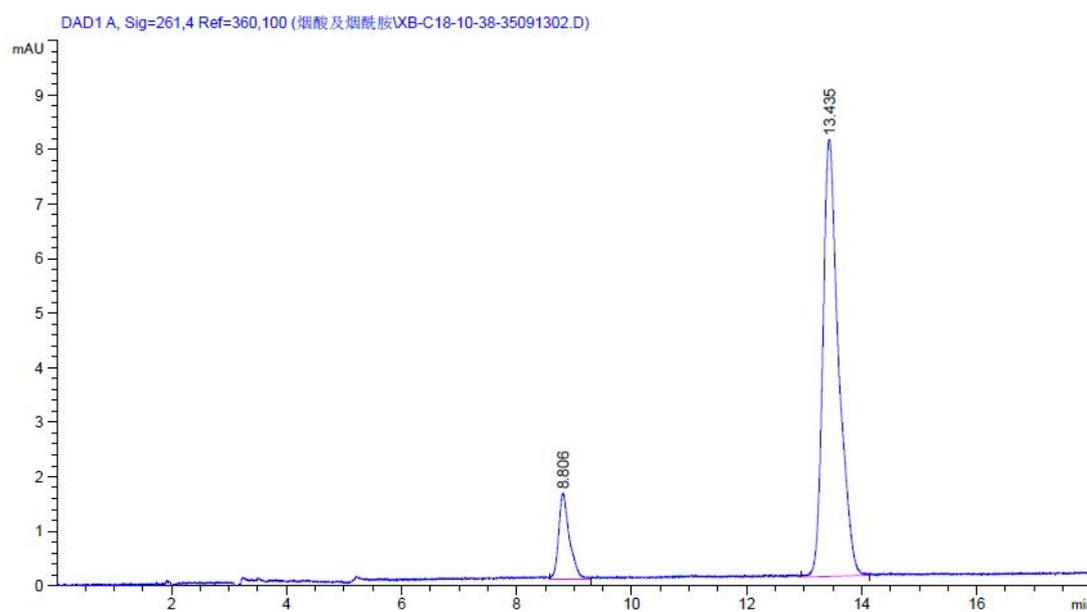


图 2：烟酸及烟酰胺标准溶液色谱图（1.6ug/ml）

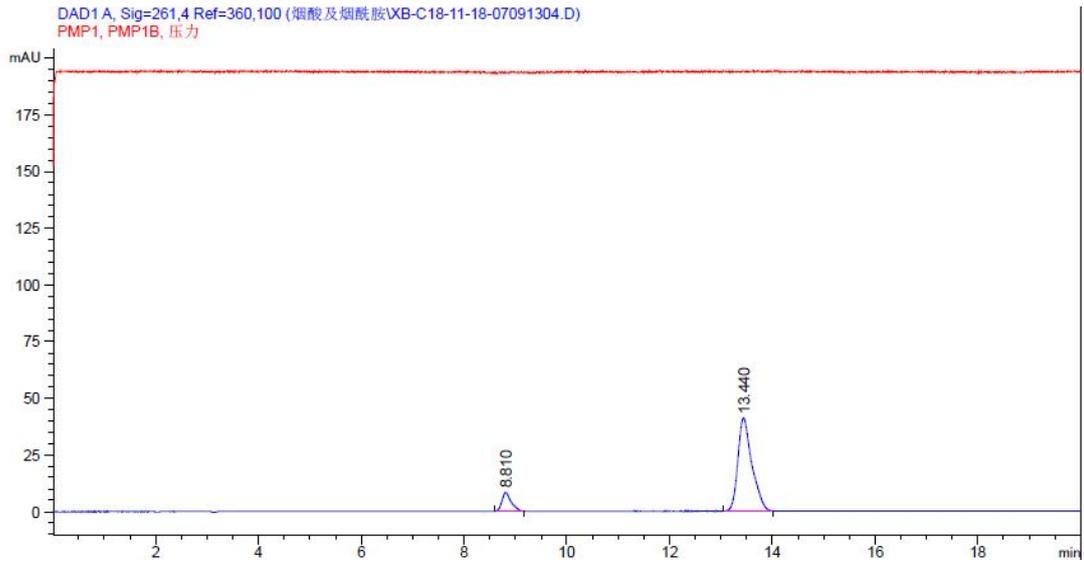


图 3：烟酸及烟酰胺标准溶液色谱图（8ug/ml）

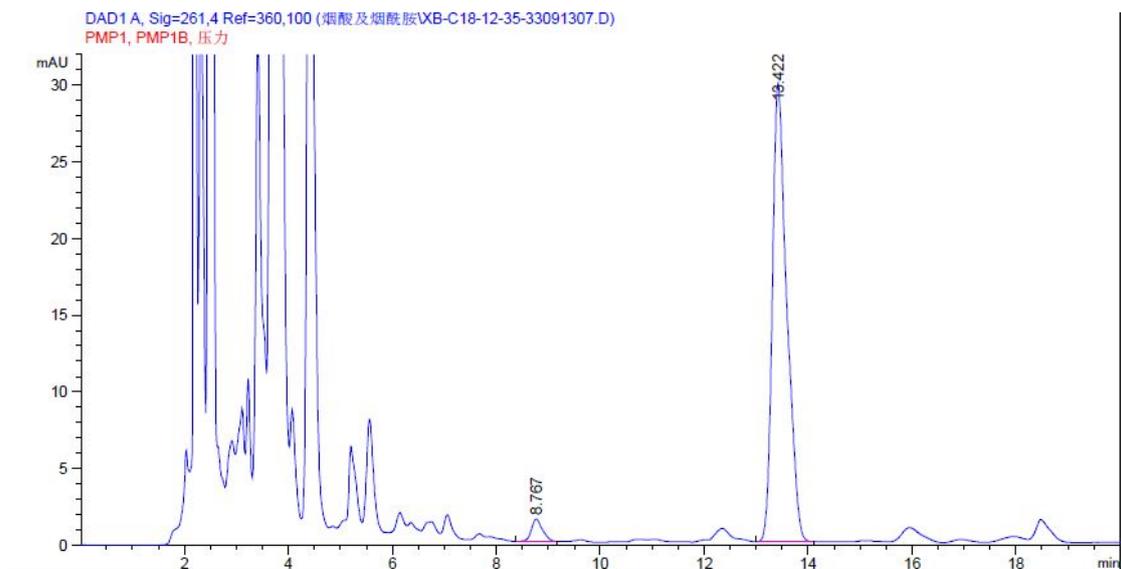


图 4：实际奶粉样品色谱图

四、 含量测定结果

将用水配置的 1.0mg/ml 烟酸及烟酰胺标准储备液，再用水配制成 40mg/ml 烟酸及烟酰胺混合标准中间液，将混合标准中间液用水稀释配制成 0.00 ug/ml、0.80 ug/ml、1.60 ug/ml、4.0 ug/ml、8.0ug/ml

烟酸及烟酰胺标准系列工作液，得到工作曲线，计算烟酸及烟酰胺的含量。

表 1：不同浓度烟酸标准溶液色谱峰面积结果

烟酸标准溶液浓度 (ug/mL)	相应峰面积
0	0
0.80	10
1.60	20
4.00	47
8.00	103
实际奶粉样品	21

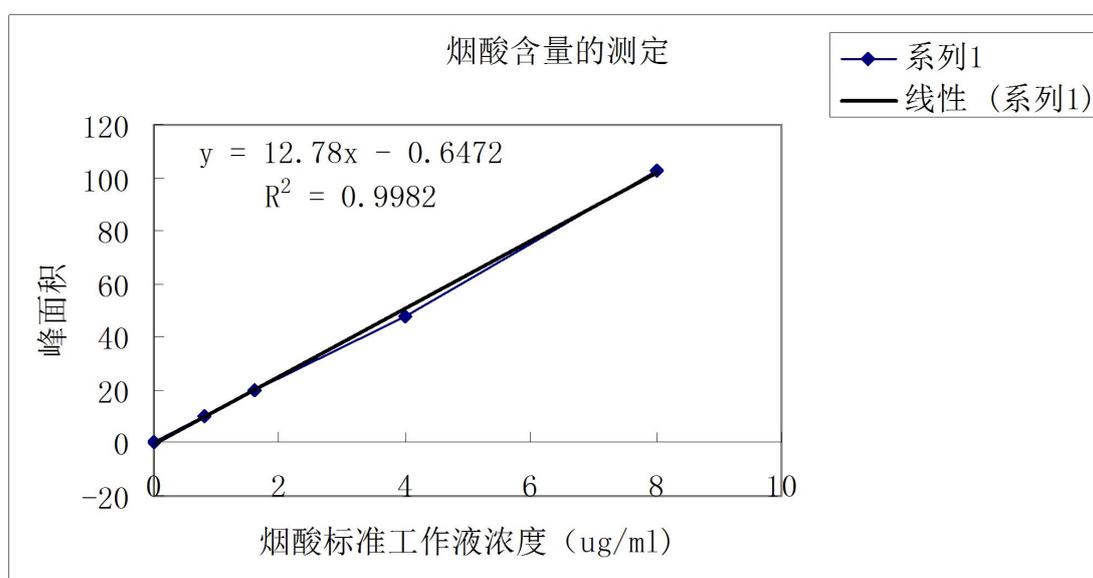


图 5：烟酸标准溶液工作曲线

表 2：不同浓度烟酰胺标准溶液色谱峰面积结果

烟酸标准溶液浓度 (ug/mL)	相应峰面积
0	0
0.80	75
1.60	152
4.00	375
8.00	776
实际奶粉样品	575

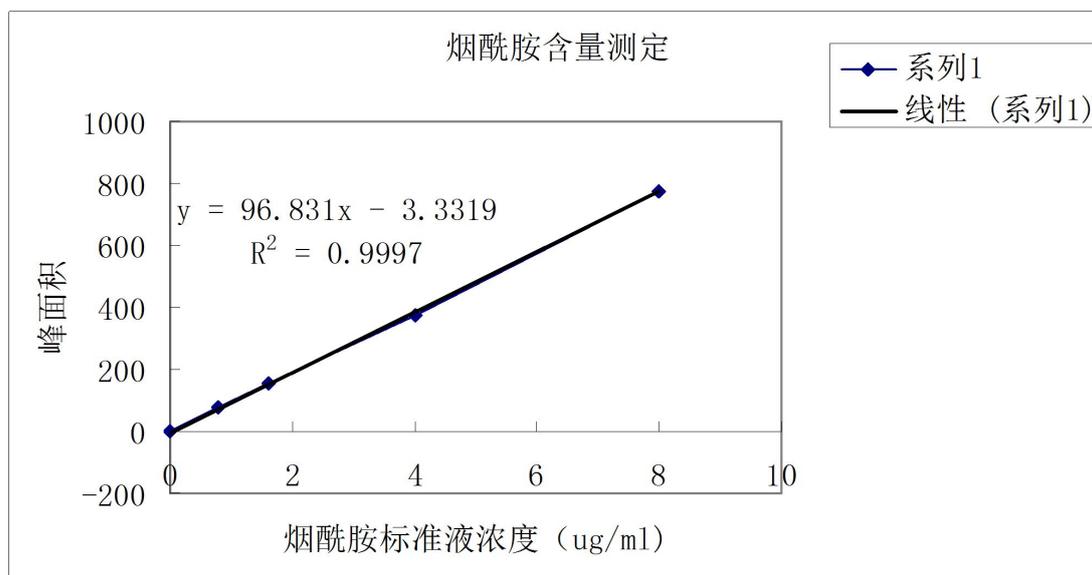


图 6：烟酰胺标准溶液工作曲线

表 3：奶粉中烟酸和烟酰胺含量测定结果

目标物	含量(ug/g)
烟酸	17
烟酰胺	60