

高效液相色谱柱后还原法测定婴幼儿食品中的维生素K₁

维生素K又叫凝血维生素，有K₁、K₂、K₃、K₄等几种形式，其中K₁、K₂是天然存在的，是脂溶性维生素。本文参考GB 5413.10-2010中的方法，样品在色谱柱分离后使用锌还原柱进行还原，使用日立高效液相色谱仪Chromaster，对婴幼儿食品中维生素K₁进行了检测。



Chromaster 系统

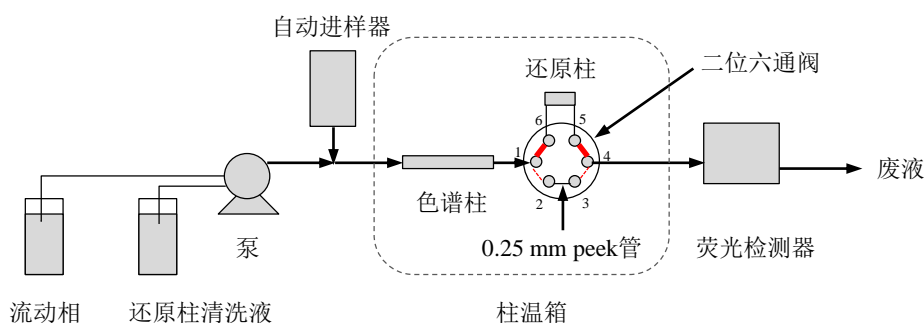
柱后还原法流路系统和分析条件

■ 流路系统

流动相经泵输送，将自动进样器吸入的样品带到色谱柱分离，经过还原柱衍生化后进入荧光检测器检测。

为延长还原柱的使用寿命，不使用时应将还原柱卸下保存，但频繁的进行还原柱的拆卸繁琐费时。而日立内置在柱温箱中的二位六通阀可以解决这个问题。

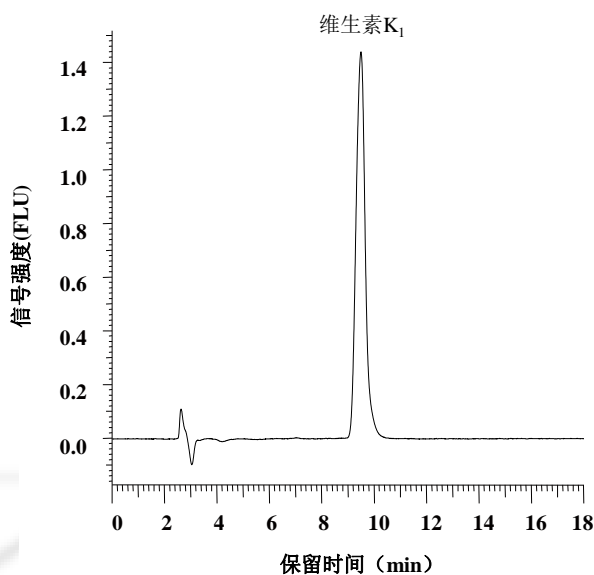
使用二位六通阀，如下图所示连接阀内管路：使用还原柱进行分析或冲洗时，分析方法中阀位置设置为1，流路为1→6→还原柱→5→4；不使用还原柱时，阀位置设置为2，流路为1→2→peek管→3→4。



■ 分析条件

色谱柱	: 日立 LaChrom C18 (5 μm) 4.6 mm I.D. × 150 mm
还原柱	: 安谱 柱后锌还原柱 4.6 mm × 50 mm
流动相	: 甲醇 900 mL, 二氯甲烷 100 mL, 冰醋酸 0.3 mL, 氯化锌 1.5 g, 无水乙酸钠 0.5 g
还原柱清洗液	: 甲醇
流速	: 1.0 mL/min
柱温	: 30 °C
检测波长	: FLD: Ex=243 nm ; Em=430 nm
进样量	: 10 μL

■ 标准样品测定例

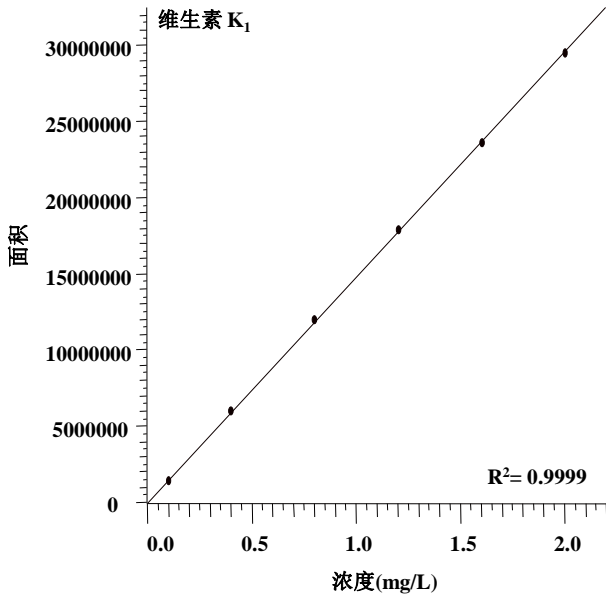


标准样品的色谱图(浓度: 1.2 mg/L)



标准样品测定例

■ 线性



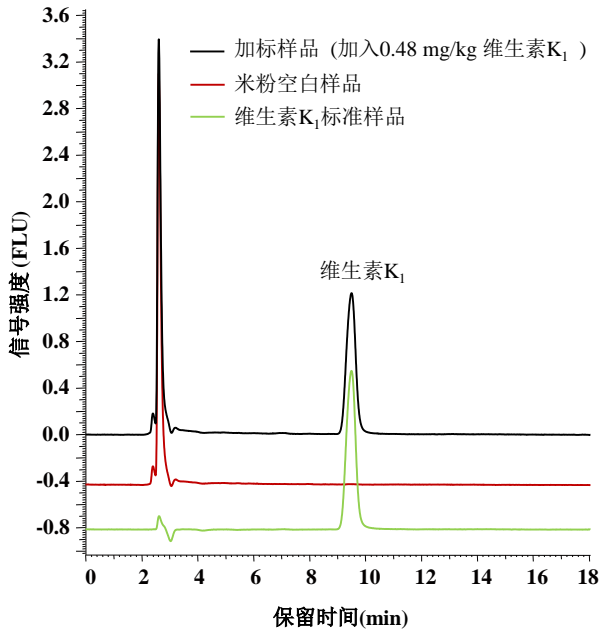
■ 重现性 (1.2 mg/L 标准溶液, n=6)

NO.	RT(min)	Area
1	9.500	17364899
2	9.500	17315409
3	9.493	17437683
4	9.493	17456605
5	9.490	17306339
6	9.487	17463242
AVG	9.494	17390696
SD	0.005	71084
RSD	0.06%	0.41%

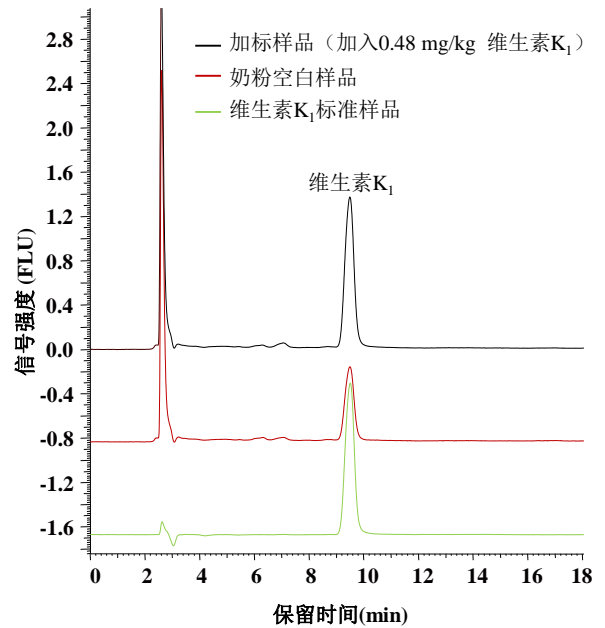
维生素K₁在0.1 ~ 2.0 mg/L的浓度范围内线性关系良好，R²为0.9999。重现性良好。

样品测定例

■ 样品的测定例



维生素K₁标准样品、米粉空白样品与添加样品的色谱重叠图

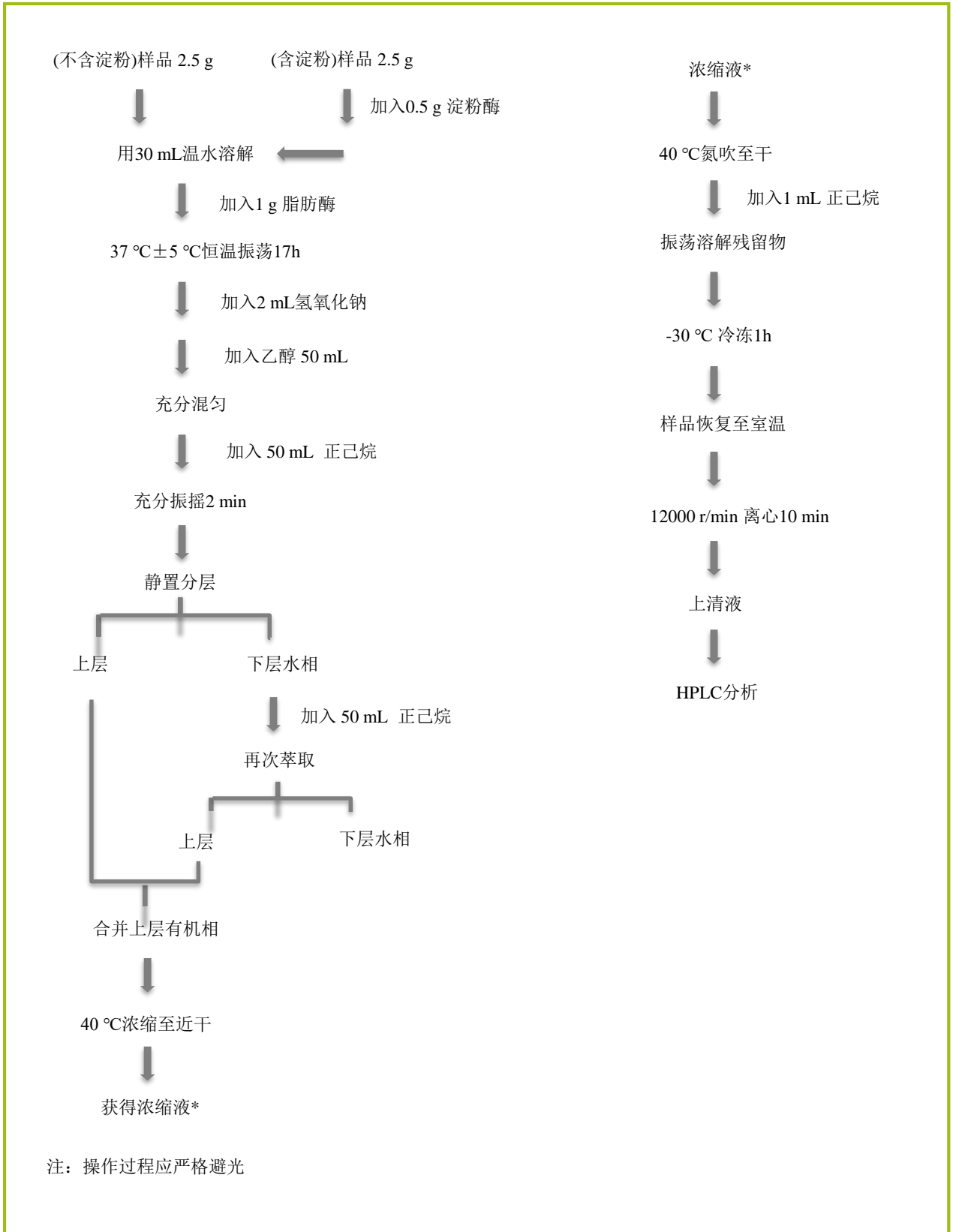


维生素K₁标准样品、奶粉空白样品与添加样品的色谱重叠图

对米粉和奶粉样品进行测定，米粉中维生素K₁无检出。每100 g奶粉样品中维生素K₁为20 μg。



样品前处理方法



仪器配置：Chromaster 5110 泵，5210 自动进样器，5310 柱温箱（带二位六通阀），5440 荧光检测器。

注意：本资料所示数据仅为测定例用数据而非可保证仪器性能的数据。本仪器只是研究用仪器，而不是诊断、治疗或预防人或动物疾病的医疗仪器。