

## ACQUITY UPLC H-CLASS分析婴幼儿食品和乳品中游离生物素

——沃特世ACQUITY UPLC H-CLASS在新66项乳品安全国家标准中的应用(三)

速度、灵敏度、分析成本、满足法规要求不再矛盾!

王少珍、孙庆龙、庄淑萁、蔡麒  
沃特世科技(上海)有限公司, 中国

### 目标

使用UPLC®技术快速检测婴幼儿食品和乳品中游离生物素, 同一台设备, 使用UPLC色谱柱时发挥高通量、高灵敏度、低分析成本的UPLC性能, 满足企业内部日常QC检测要求; 使用HPLC色谱柱时可按照GB方法进行阳性样品的结果确认。

### 背景

民以食为天, 食以安为先。近几年由于乳和乳制品引发的食源性疾病明显增多, 使得乳制品的质量安全问题受到广泛重视。食品科技的发展在丰富人类食品消费的同时, 也给乳制品生产带来了安全问题。乳制品安全对人类健康的影响已成为各国政府和人民共同关注的焦点, 保障乳制品安全是国际社会共同的责任。

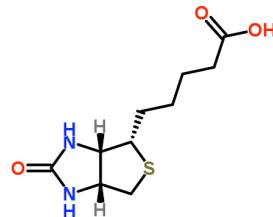
为了加强乳制品质量监管, 根据《食品安全法》、《乳品质量安全监督管理条例》和《奶业整顿和振兴规划纲要》等规定, 经第一届食品安全国家标准审评委员会审查, 卫生部日前公布了《生乳》(GB19301-2010)等66项新乳品安全国家标准。新的乳品安全国家标准包括乳品产品标准15项、生产规范2项、检验方法标准49项。同时根据《乳品质量安全监督管理条例》第三十一条、第三十四条规定, 企业必须逐批检测收购的生鲜乳、以及逐批检验出厂的乳制品。检测报告必须保留两年以上。企业可以使用经相关部门认定的快速检验设备。但检验结果呈阳性时, 应使用食品安全国家标准检验方法进行确认。

新法规的诞生, 一方面要求实验室提高检测精度和灵敏度。另外一个最主要的影响就是大大增加了检测的样品数量和分析项目数量, 这带来了如何提高实验室通量和效率的问题, 同时也带来了如何降低分析成本的问题。

新的乳品安全国家标准中提出了婴幼儿食品和乳品中游

离生物素的分析要求。

维生素H又称生物素、辅酶R, 是水溶性维生素, 也属于维生素B族。它是合成维生素C的必要物质, 是脂肪和蛋白质正常代谢不可或缺的物质。是一种维持人体自然生长和正常人体机能所必须的水溶性维生素; 无法经由人工合成。生物素分子式:  $C_{10}H_{16}N_2O_3S$ , 相对分子量: 244.3, 熔点: 39~48°C。



《GB 5413.19—2010婴幼儿食品和乳品中游离生物素的测定》规定了婴幼儿食品和乳品中游离生物素的测定方法。在该标准中采用微生物法, 本文分别采用HPLC方法和UPLC方法分析游离生物素。

### 解决方案

ACQUITY UPLC® H-Class系统是沃特世ACQUITY家族中的一员, 具有UPLC高分离度、高灵敏度、分析速度快的优势, 同时又具有HPLC一样的操作简便性。使用沃特世ACQUITY UPLC H-Class系统分析新66项乳品安全国家标准中要求的检测项目, 对于同一台LC设备, 当使用ACQUITY UPLC系列的亚2 $\mu$ m颗粒填料色谱柱时, 可以获得UPLC效果下最大的实验室通量和最佳的灵敏度要求, 解决日常QC批批检测带来的样品量剧增的难题, 并获得最佳数据质量的QC报告。当检测结果呈阳性时, 仅需要将色谱柱更换为国标要求的HPLC常规色谱柱即可按照GB方法进行结果的确认。

# [ 应用纪要 ]

现在,您就可以在一台ACQUITY UPLC H-Class仪器上同时解决分析通量、灵敏度、分析成本和满足法规要求的难题,鱼和熊掌可以兼得!



ACQUITY UPLC H-Class

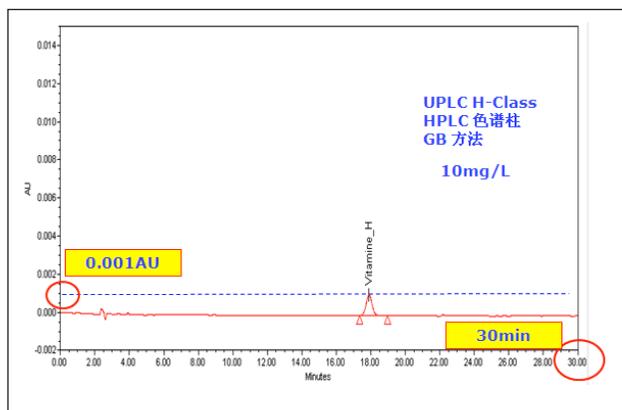
方案一: ACQUITY UPLC H-Class采用HPLC方法测定游离生物素。适合阳性结果的确认工作。

方案二: ACQUITY UPLC H-Class按照UPLC方法测定游离生物素,适合日常大批量样品的高通量快速QC检测以获得最佳的分析性能和最低的分析成本。

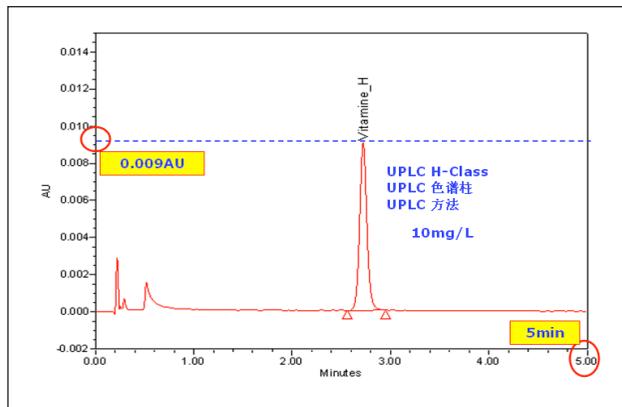
	方案一 国标方法	方案二 UPLC优化方法
色谱系统	ACQUITY UPLC H-Class	
检测器	ACQUITY TUV	
色谱柱	XBridge™ C <sub>18</sub> 5 μm 4.6x250mm	ACQUITY BEH C <sub>18</sub> 1.7μm 2.1x50mm
流速	1.0mL/min	0.6mL/min
运行时间	30min	5min
流动相	0.1mol/L KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> /MEOH	

方案一、方案二游离生物素分析条件。

10mg/L浓度两种方案分析结果色谱图如下图所示,使用UPLC方法灵敏度提升了9倍,分析时间缩短到原来的1/6。样品通量提高了6倍,节省了90%的溶剂消耗。

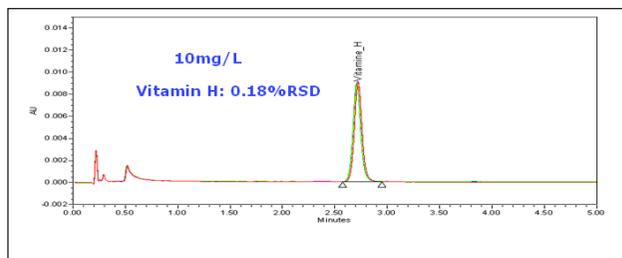


方案一分析结果色谱图。



方案二分析结果色谱图。

10mg/L方案二UPLC方法5针分析重现性如下图所示:



	Sample Name	Val	Inj	Name	Retention Time (min)	Area	% Area	Height
1	Vitamine_H_10mg/L	1:E,2	1	Vitamine_H	2.722	46192	100.00	8991
2	Vitamine_H_10mg/L	1:E,2	2	Vitamine_H	2.709	46238	100.00	8963
3	Vitamine_H_10mg/L	1:E,2	3	Vitamine_H	2.722	46211	100.00	9024
4	Vitamine_H_10mg/L	1:E,2	4	Vitamine_H	2.720	46087	100.00	9013
5	Vitamine_H_10mg/L	1:E,2	5	Vitamine_H	2.718	46320	100.00	9112
Mean						46209.55		
% RSD						0.18		

方案二 UPLC方法5针分析结果重现性。

## 结论

使用ACQUITY UPLC H-Class采用HPLC色谱柱能够在30min内检测法规要求的10mg/L的乳和乳制品中的游离生物素。

使用ACQUITY UPLC H-Class采用UPLC色谱柱能够在5min内检测法规要求的10mg/L的乳和乳制品中的游离生物素，并且灵敏度比HPLC方法提高9倍。

使用ACQUITY UPLC H-Class能够在一台仪器上获得HPLC、UPLC两种分析平台，既能发挥高通量、高灵敏度、低分析成本的UPLC性能，满足实验室QC分析要求，又能在出现阳性样品时，按照GB方法确认分析结果。

### 关于沃特世 ACQUITY UPLC H-Class

HPLC的操作方法，UPLC的卓越性能

如果您正在进行常规分析，或方法开发，或仅仅是喜欢四元泵系统多溶剂的灵活使用，而又渴望获得UPLC技术带来的快速、高灵敏度、高分离度的性能，那么沃特世公司ACQUITY UPLC H-Class系统是您目前唯一的选择。

ACQUITY UPLC H-Class系统是一套经过优化的先进系统，具有四元溶剂混合的灵活性和简易性，并带有一个流通式进样器，可实现UPLC分离的先进性能——高分离度、灵敏度和高通量，同时还保持了ACQUITY系统所被公认的耐用性和可靠性。

选择ACQUITY UPLC H-Class，您可以在面向未来的LC平台上继续运行现有的HPLC方法，并可实现向UPLC分离的无缝转换。当您一切准备就绪后，即可使用集成系统工具和可靠的色谱柱工具包进行方法转换和方法开发，以简化过渡流程。

## 特色

**多溶剂混合:** 可将四种溶剂按任何组合或比例混合。使用选配的內部溶剂选择阀，将可选溶剂扩展到多达九种，方法更加灵活。

**直接注射取样:** SM-FTN的针流入路径采用专门的技术，在高压下能够保证精确的进样针密封性，可实现高精度注射，具有极佳的样品回收率。

**下一代色谱柱温箱:** 我们的新式UPLC色谱柱加热器和管理器已实现了标准化，具有易于操作、体积小的主动式溶剂预加热器，使系统之间具有相同的效率。色谱柱预热器保证了稳定的热效能；色谱柱管理器提供了多区域的灵活性，温度范围为4至90℃，并可叠加使用。

**受控的滞留体积:** ACQUITY UPLC H-Class 的SmartStart技术（专利待批）可同时对梯度起始时间和各个预注射步骤进行自动管理。通过这些典型的连续过程叠加起来，能够最大程度地缩短循环时间。

# Waters

THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™

沃特世中国有限公司  
沃特世科技(上海)有限公司

北京金欧亚科技发展有限公司  
北京市崇文区左安门内大街8号伟图大厦301  
电话：010-67113925/67113913

