

婴幼儿奶粉中维生素 K₁ 的测定 GB 5009.158-2016

1、适用范围

适用于各类配方食品维生素 K₁ 的测定（本实验样品为婴幼儿奶粉）

参考标准：《GB 5009.158-2018 食品中维生素 K₁ 的测定》

2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液：称取 10mg 标准品，用甲醇定容至 10mL。
- 2) 标准中间液：准确吸取标准储备液 0.1mL，用甲醇定容至 10mL。
- 3) 标准工作液（1 μ g/mL）：准确吸取标准中间液 1mL，用甲醇定容至 10mL。
- 4) 40%氢氧化钾溶液：取 20g 氢氧化钾于 100mL 烧杯中用 20mL 水溶解，冷却后，加水至 50mL，储存于聚乙烯瓶中。
- 5) 磷酸盐缓冲液（pH8.0）：溶解 54.0g 磷酸二氢钾于 300mL 水中，用 40%氢氧化钾溶液调节 pH 至 8.0，加水至 500mL。
- 6) 流动相：量取甲醇 900mL，四氢呋喃 100mL，冰乙酸 0.3mL，混匀后，加入氯化锌 1.5g，无水乙酸钠 0.5g，超声溶解脱气，备用。

3、提取步骤

准确称取经均质的试样 1g(精确到 0.01g)于 50 ml 离心管中,加入 5 mL 温水溶解，加入磷酸盐缓冲液(pH8.0)5mL,混匀，加入 0.2g 脂肪酶和 0.2g 淀粉酶，加盖，涡旋 2min~3 min,混匀后，置于 37 °C

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

恒温水浴 2 h（每隔 20min 摇匀一次），使其充分酶解。

取出酶解好的试样，分别加入 10 mL 乙醇及 1 g 碳酸钾，混匀后加入 10 mL 正己烷和 10 mL 水、涡旋超声提取 20min。8000r/min 离心 5min.转移上清液至 50 mL 旋蒸瓶中,向下层液再加入 10mL 正己烷，重复操作 1 次，合并上清液至上述旋蒸瓶中。

将上述正己烷提取液 35 °C 旋蒸至干,用甲醇转移并定容至 5ml.容量瓶中，摇匀,0.22 μ m 滤膜过滤，滤液待进样。

4、注意事项

加标水平：1g 样中加入 0.4mL 1μg/mL 标准工作液，最终定容至 5mL，因此加标水平为 400mg/kg，最终机度数为 0.08mg/L。

5、色谱条件

色谱柱：月旭 ULtimate® XB-C18, 4.6×250mm, 5μm

锌还原柱：柱长 50mm，内径 4.6mm

流动相：详见 2-6

流速：1.0mL/min

柱温：30°C

进样量：20μL

检测波长：激发波长为 243nm，发射波长为 430nm

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

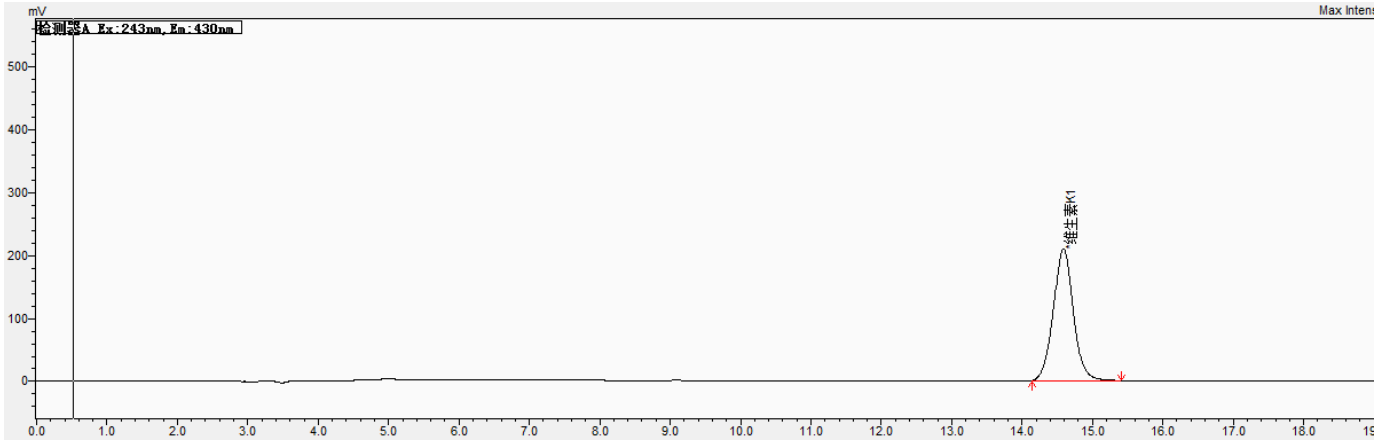


图 1.维生素 K₁ 0.08mg/L 图谱

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	塔板数
维生素 K ₁	14.589	4202570	211511	100.00	1.040	12746

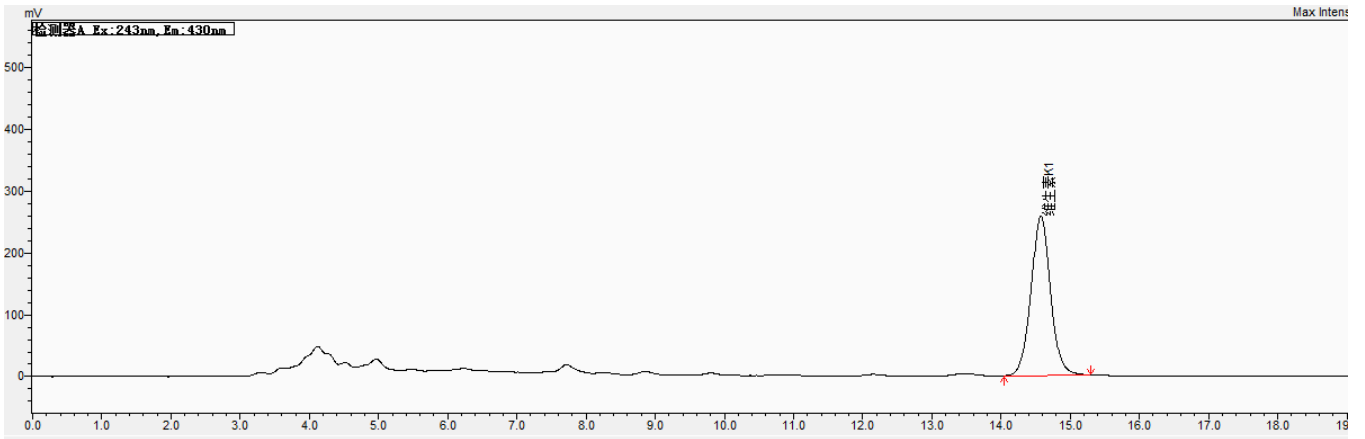


图 2 奶粉空白图谱

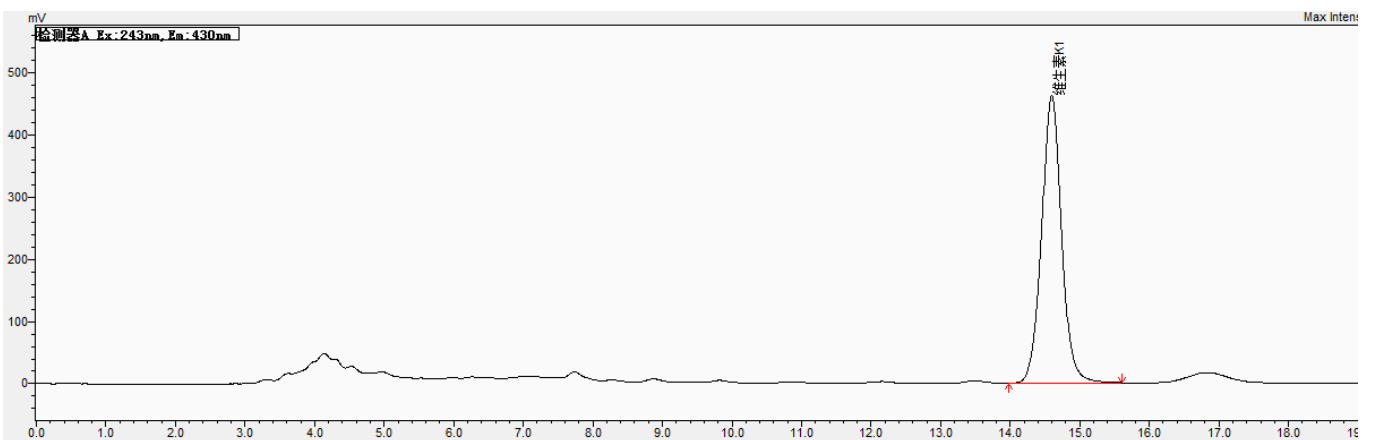


图 3.奶粉样加标 400mg/kg 图谱

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)
维生素 K ₁	400	101	1.04

7、相关产品信息

货号	名称	规格
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
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
00201-31043	液相色谱柱	Ultimate [®] XB-C18,4.6×250mm,5μm
00225-51037	液相色谱柱	Ultimate [®] Zn,4.6×50mm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk
	维生素 K ₁ 标准品	CAS:84-80-0

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