

猪肉水中鸟嘌呤、次黄嘌呤和黄嘌呤的含量检测 分析报告

——浙江弗里斯检测科技有限公司

一、检测方法:

福立公司提供。

二、客户要求:

猪肉水中鸟嘌呤、次黄嘌呤和黄嘌呤的含量测定。

三、方法原理

试样经反相液相色谱分离，紫外检测器检测，根据色谱峰的保留时间定性，面积外标法定量。

四、试剂和材料

4.1 试剂

4.1.1 甲酸铵：分析纯

4.1.2 甲酸：分析纯

4.1.3 三氟乙酸：分析纯

4.1.4 氢氧化钠：分析纯

4.1.5 水：纯净水

4.2 材料与仪器

4.2.1 液相色谱仪: LC5090 液相色谱仪 (含 LC5090 在线脱气机+LC5090 二元高压输液泵+LC5090 自动进样器+LC5090 柱温箱+LC5090 双波长-紫外检测器)

4.2.2 水浴锅

五、样品制备

5.1 3 种嘌呤混合标准储备液制备: 分别准确称取鸟嘌呤 0.0166g、次黄嘌呤 0.0128g、黄嘌呤 0.0123g, 加入到 10mL 容量瓶, 用 1mol/L 氢氧化钠水溶液溶解并定容, 得到鸟嘌呤 1660 mg/L、次黄嘌呤 1280 mg/L、黄嘌呤 1230 mg/L 的混合标准储备液;

5.2 3 种嘌呤混合标准系列制备: 将 3 种嘌呤混合标准储备液用水稀释 100 倍, 得到鸟嘌呤 16.6 mg/L、次黄嘌呤 12.8 mg/L、黄嘌呤 12.3 mg/L 的混合标准溶液, 再逐级稀释, 得到鸟嘌呤的标准溶液浓度分别为 16.6mg/L、8.3mg/L、3.32mg/L、0.83mg/L, 次黄嘌呤的标准溶液浓度分别为 12.8mg/L、6.4mg/L、2.56mg/L、0.64mg/L, 黄嘌呤的标准溶液浓度分别为 12.3mg/L、6.15mg/L、

2.46mg/L、0.615mg/L，待进样。

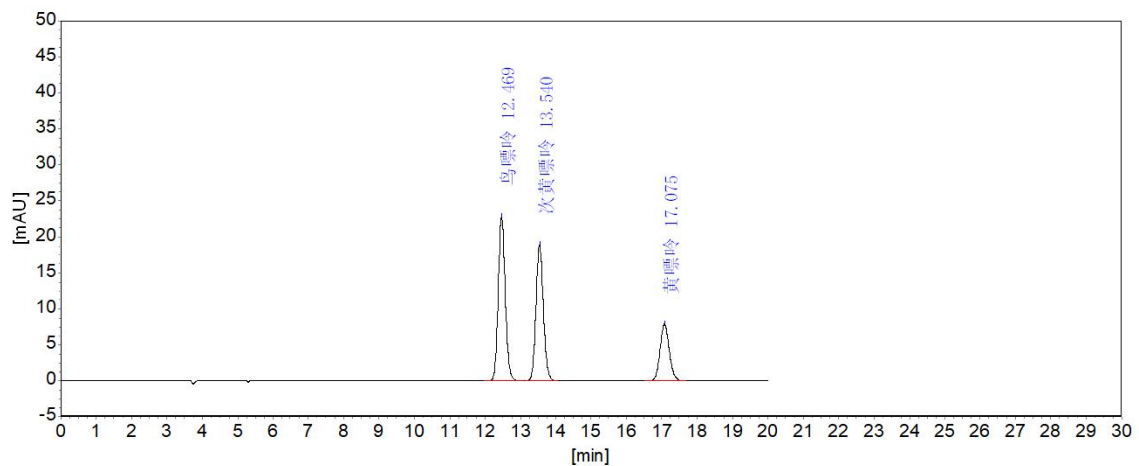
5.3 样品制备：分别取 1、2、3 号样品 2mL，加入 0.4mL 三氟乙酸和 0.4mL 甲酸，混合均匀，90℃水浴中加热水解 30min，取出，冷却后用 2mol/L 的氢氧化钠水溶液调 pH 至 4，加水定容至 10mL。

六、色谱条件

- a) 色谱柱: Sunniest C18-AQ，柱长 250 mm，内径 4.6 mm，粒径 5 μ m
- b) 流动相: 100%甲酸铵水溶液 (Ph=3.58)
- c) 流速: 1.0 mL/min
- d) 检测器: UV 254nm
- e) 柱温: 30 $^{\circ}$ C
- f) 进样量: 10 μ L

七、分析结果

7.1 3 种嘌呤混合标准溶液典型谱图及结果 (鸟嘌呤 8.3mg/L、次黄嘌呤 6.4mg/L、黄嘌呤 6.15mg/L)



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]
1	鸟嘌呤	12.469	22899.9	314617.0
2	次黄嘌呤	13.540	18918.7	274568.0
3	黄嘌呤	17.075	7879.7	143161.9
			49698.3	732346.9

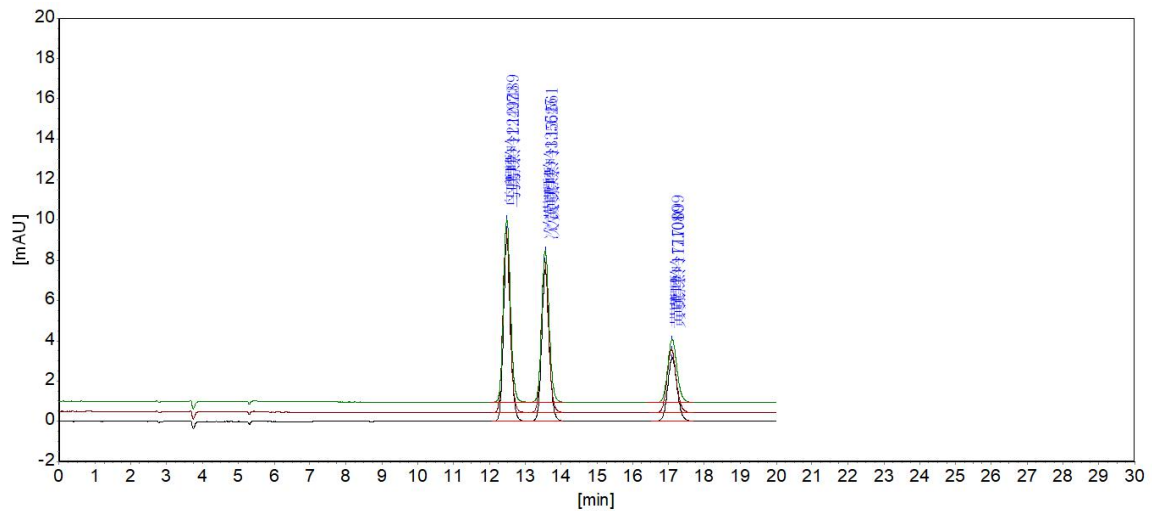
系统评价表

柱长: 250mm

死时间:

峰序	组分名	保留时间 [min]	半高峰宽 [min]	容量 因子	理论 塔板	分离度	拖尾 因子
1	鸟嘌呤	12.469	0.20968	0.0000	19591	0.000	1.105
2	次黄嘌呤	13.540	0.22233	0.0859	20546	2.925	1.100
3	黄嘌呤	17.075	0.27846	0.3694	20830	8.330	1.093

7.2 3种嘌呤混合标准溶液重复性谱图及结果 (鸟嘌呤 3.32mg/L、次黄嘌呤 2.56mg/L、黄嘌呤 2.46mg/L)

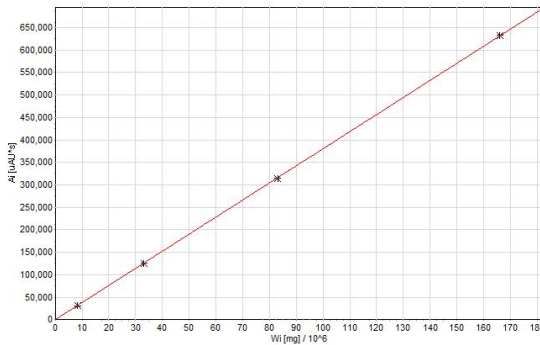


峰序	组分名	保留时间 平均值 [min]	保留时间 RSD [%]	面积 平均值 [uAU*s]	面积 RSD [%]	峰高 平均值 [uAU]	峰高 RSD [%]
1	鸟嘌呤	12.484	0.082	125290.4	0.133	9093.3	0.105
2	次黄嘌呤	13.556	0.073	109163.3	0.149	7517.1	0.168
3	黄嘌呤	17.093	0.068	57115.0	0.256	3134.0	0.162

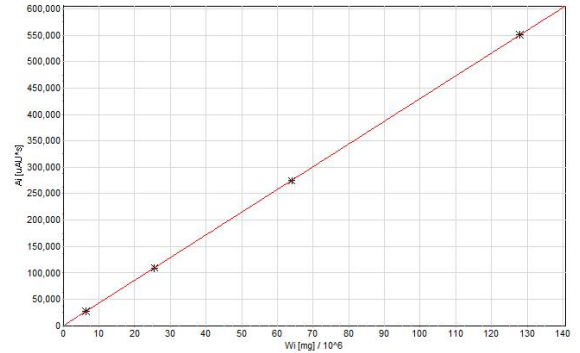
7.3 标准曲线

标准曲线的绘制：分别进样鸟嘌呤浓度为 0.83mg/L、3.32mg/L、8.3mg/L、16.6mg/L，次黄嘌呤浓度为 0.64mg/L、2.56mg/L、6.4mg/L、12.8mg/L，黄嘌呤浓度为 0.615mg/L、2.46mg/L、6.15mg/L、12.3mg/L 的 3 种嘌呤混合标准系列溶液各 10 μ L，进行 HPLC 分析。然后以峰面积为纵坐标，以含量为横坐标，绘制标准曲线。

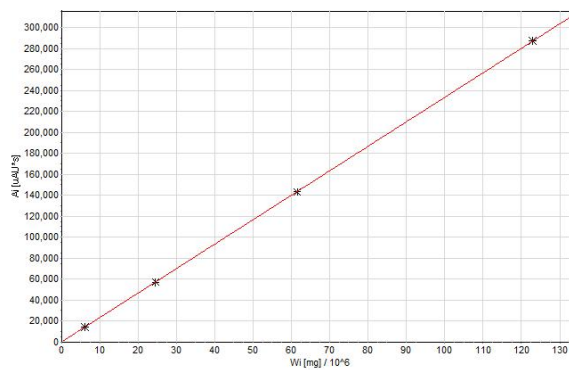
组分[鸟嘌呤]： 曲线方程: $W_i = 2.62761E-010 * A_i$
校正因子: $f_0=0, f_1=2.62761E-010$ 相关系数: $r^2 = 0.99998$



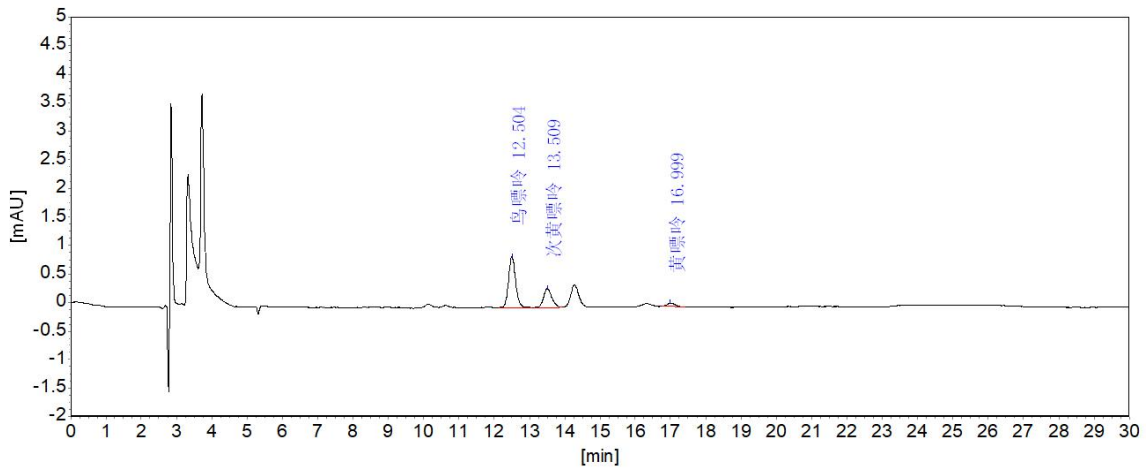
组分[次黄嘌呤]： 曲线方程: $W_i = 2.32438E-010 * A_i$
校正因子: $f_0=0, f_1=2.32438E-010$ 相关系数: $r^2 = 0.99999$



组分[黄嘌呤]： 曲线方程: $W_i = 4.28319E-010 * A_i$
校正因子: $f_0=0, f_1=4.28319E-010$ 相关系数: $r^2 = 0.99999$



7.4 1 号样品典型谱图及两针结果



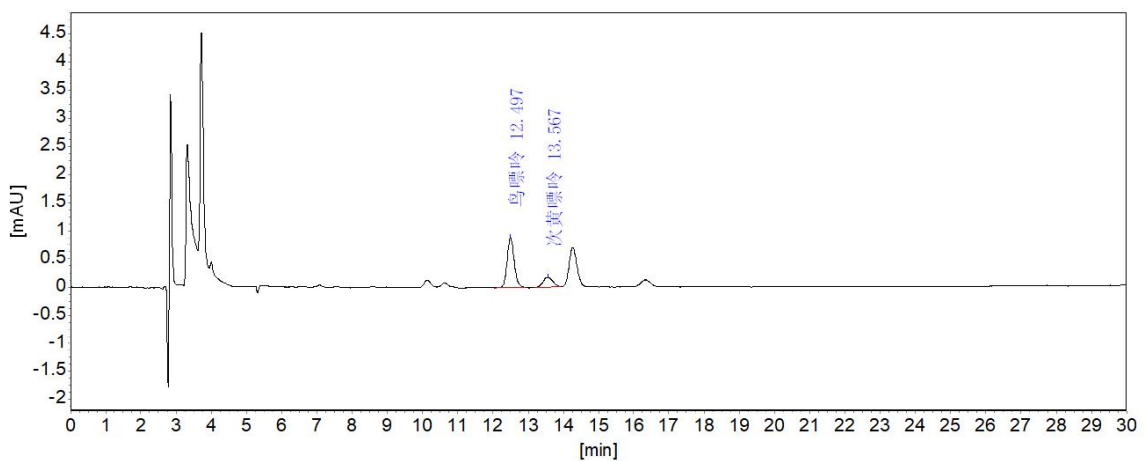
分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰面积 [uAU*s]	含量 [mg/L]
1	鸟嘌呤	12.504	12452.6	1.6360
2	次黄嘌呤	13.509	5399.4	0.6275
3	黄嘌呤	16.999	918.0	0.2146
总计:			18770.0	2.4781

分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰面积 [uAU*s]	含量 [mg/L]
1	鸟嘌呤	12.508	12356.0	1.6233
2	次黄嘌呤	13.506	5377.1	0.6249
3	黄嘌呤	17.000	971.0	0.2270
总计:			18704.1	2.4752

7.5 2 号样品典型谱图及两针结果



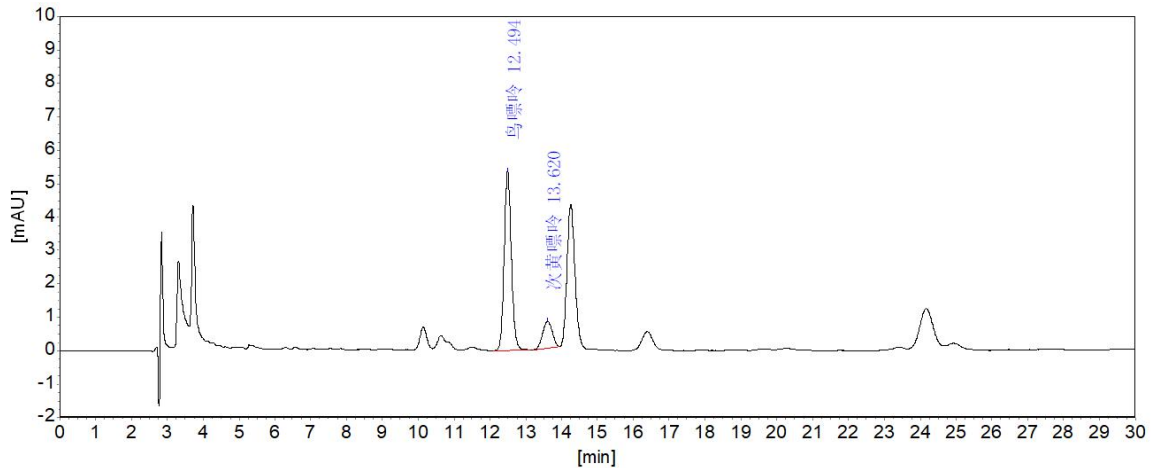
分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰面积 [uAU*s]	含量 [mg/L]
1	鸟嘌呤	12.497	12290.6	1.6147
2	次黄嘌呤	13.567	3343.5	0.3886
总计:			15634.0	2.0033

分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰面积 [uAU*s]	含量 [mg/L]
1	鸟嘌呤	12.498	12267.7	1.6117
2	次黄嘌呤	13.586	3324.6	0.3864
总计:			15592.3	1.9981

7.6.3 号样品典型谱图及两针结果



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰面积 [uAU*s]	含量 [mg/L]
1	鸟嘌呤	12.494	73797.4	9.6955
2	次黄嘌呤	13.620	15052.9	1.7494
总计:			88850.3	11.4450

分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰面积 [uAU*s]	含量 [mg/L]
1	鸟嘌呤	12.490	74060.0	9.7300
2	次黄嘌呤	13.630	14644.9	1.7020
总计:			88705.0	11.4321



FULI

浙江福立分析仪器股份有限公司应用中心

说明：

- 1、由于没有腺嘌呤，无法对腺嘌呤进行分析；
- 2、以上数据仅供参考，如有问题请电话联系。

地址：浙江省温岭市城东街道百丈南路95号

分析员：黄燕

电话：15657600108

邮编：317500

审核：

日期：2021.2.4