

八、供应商自主知识产权产品（创新、设计）情况

目录

八、 供应商自主知识产权产品（创新、设计）情况	1
（一） 发明专利	2
1. 用于检测裸盖鱼的 RPA 引物、探针及检测方法	3
2. 一种糖皮质激素免疫层析广谱检测卡及其制备方法与应用	4
3. 一种绵羊乳蛋白和山羊乳蛋白二联检测卡的制备方法及应用	5
4. 一种基于特征性肽段鉴别鹅源性成分的液相质谱方法	6
5. 一种牛乳蛋白和水牛乳蛋白二联检测卡的制备方法及应用	7
（二） 标准制定或修订	8
1. GB 1903.71-2024 食品安全国家标准 食品营养强化剂 全反式视黄醇	9
2. GB 5009.300-2025 食品安全国家标准 食品中左旋肉碱的测定	20
（三） 软件著作权	35
1. 食品安全检测实验室数据处理系统[简称：LIMS 食品线]V1.0	36
2. 食品检测大数据分析系统 V1.0	37
3. 食品检测数据管理系统 V1.0	38
4. 食品快速检测智能应用系统[简称:食品快检]V1.0	39

(一) 发明专利

我院具有食品或食用农产品或检测技术或装备相关的发明专利或实用新型专利 5 个，详见下表：随后附专利证书。

序号	授权公告日	类型	类别	名称
1	2023.1.10	食用农产品或食品 相关检测技术发明 专利	第一专利权 人	用于检测裸盖鱼的 RPA 引物、探针及检测 方法
2	2022.3.29	食用农产品或食品 相关检测技术发明 专利	第一专利权 人	一种糖皮质激素免疫 层析广谱检测卡及其 制备方法与应用
3	2022.7.19	食用农产品或食品 相关检测技术发明 专利	第一专利权 人	一种绵羊乳蛋白和山 羊乳蛋白二联检测卡 的制备方法及应用
4	2021.1.12	食用农产品或食品 相关检测技术发明 专利	第一专利权 人	一种基于特征性肽段 鉴别鹅源性成分的液 相质谱方法
5	2022.11.29	食用农产品或食品 相关检测技术发明 专利	第一专利权 人	一种牛乳蛋白和水牛 乳蛋白二联检测卡的 制备方法及应用

1. 用于检测裸盖鱼的 RPA 引物、探针及检测方法

证书号 第 5692079 号



发明专利证书

发 明 名 称：用于检测裸盖鱼的 RPA 引物、探针及检测方法

发 明 人：林霖;朱成杰;余灏;王坤;吴佳辉;冯荣虎;张世伟;陈国培
赖心田;杨国武

专 利 号：ZL 2020 1 0559761.6

专利申请日：2020 年 06 月 18 日

专 利 权 人：深圳市计量质量检测研究院(国家高新技术计量站、国家
数字电子产品质量监督检验中心)

地 址：518000 广东省深圳市南山区西丽街道同发路 4 号

授权公告日：2023 年 01 月 10 日 授权公告号：CN 111793696 B

国家知识产权局依照中华人民共和国专利法进行审查，决定授予专利权，颁发发明专利证书并在专利登记簿上予以登记。专利权自授权公告之日起生效。专利权期限为二十年，自申请日起算。

专利证书记载专利权登记时的法律状况。专利权的转移、质押、无效、终止、恢复和专利权人的姓名或名称、国籍、地址变更等事项记载在专利登记簿上。



局长
申长雨



第 1 页 (共 2 页)

其他事项参见续页

2. 一种糖皮质激素免疫层析广谱检测卡及其制备方法与应用

证书号 第 5033315 号





发 明 专 利 证 书

发 明 名 称：一种糖皮质激素免疫层析广谱检测卡及其制备方法与应用

发 明 人：张世伟;姚添淇;杨国武;王士峰;劳翠瑜;冯荣虎;林霖
张恒;李碧芳;王坤;吴佳辉

专 利 号：ZL 2018 1 1406337.7

专 利 申 请 日：2018 年 11 月 23 日

专 利 权 人：深圳市计量质量检测研究院（国家高新技术计量站、国家
数字电子产品质量监督检验中心）

地 址：518000 广东省深圳市南山区西丽街道同发路 4 号

授 权 公 告 日：2022 年 03 月 29 日 授 权 公 告 号：CN 109324183 B

国家知识产权局依照中华人民共和国专利法进行审查，决定授予专利权，颁发发明专利证书并在专利登记簿上予以登记。专利权自授权公告之日起生效。专利权期限为二十年，自申请日起算。

专利证书记载专利权登记时的法律状况。专利权的转移、质押、无效、终止、恢复和专利权人的姓名或名称、国籍、地址变更等事项记载在专利登记簿上。



局长
申长雨



2022 年 03 月 29 日

第 1 页 (共 2 页)

其他事项参见续页

3. 一种绵羊乳蛋白和山羊乳蛋白二联检测卡的制备方法及应用

证书号 第 5322038 号





发 明 专 利 证 书

发 明 名 称：一种绵羊乳蛋白和山羊乳蛋白二联检测卡的制备方法及应用

发 明 人：张世伟;冯荣虎;张恒;林霖;劳翠瑜;郑奕鑫;朱成杰;王坤
吴佳辉;王珍妮;董珊

专 利 号：ZL 2021 1 0384808.4

专 利 申 请 日：2021 年 04 月 09 日

专 利 权 人：深圳市计量质量检测研究院（国家高新技术计量站、国家
数字电子产品质量监督检验中心）

地 址：518000 广东省深圳市南山区西丽街道同发路 4 号

授权公告日：2022 年 07 月 19 日 授权公告号：CN 113092787 B

国家知识产权局依照中华人民共和国专利法进行审查，决定授予专利权，颁发发明专利证书并在专利登记簿上予以登记。专利权自授权公告之日起生效。专利权期限为二十年，自申请日起算。

专利证书记载专利权登记时的法律状况。专利权的转移、质押、无效、终止、恢复和专利权人的姓名或名称、国籍、地址变更等事项记载在专利登记簿上。



局长
申长雨



2022 年 07 月 19 日

第 1 页 (共 2 页)

其他事项参见续页

4. 一种基于特征性肽段鉴别鹅源性成分的液相质谱方法

证书号 第 4200361 号





发 明 专 利 证 书

发 明 名 称：一种基于特征性肽段鉴别鹅源性成分的液相质谱方法

发 明 人：王伟达;杜业刚;刘奕雄;李意;李碧芳;杨国武

专 利 号：ZL 2018 1 0707224.4

专利申请日：2018 年 07 月 02 日

专 利 权 人：深圳市计量质量检测研究院（国家高新技术计量站、国家
数字电子产品质量监督检验中心）

地 址：518000 广东省深圳市南山区西丽街道同发路 4 号

授权公告日：2021 年 01 月 12 日 授权公告号：CN 108802232 B

国家知识产权局依照中华人民共和国专利法进行审查，决定授予专利权，颁发发明专利证书并在专利登记簿上予以登记。专利权自授权公告之日起生效。专利权期限为二十年，自申请日起算。

专利证书记载专利权登记时的法律状况。专利权的转移、质押、无效、终止、恢复和专利权人的姓名或名称、国籍、地址变更等事项记载在专利登记簿上。



局长
申长雨





第 1 页 (共 2 页)

其他事项参见续页

5. 一种牛乳蛋白和水牛乳蛋白二联检测卡的制备方法及应用

证书号 第 5617568 号





发 明 专 利 证 书

发 明 名 称：一种牛乳蛋白和水牛乳蛋白二联检测卡的制备方法及应用

发 明 人：张世伟;冯荣虎;张恒;林霖;劳翠瑜;郑奕鑫;朱成杰;王坤
吴佳辉;王珍妮;董珊

专 利 号：ZL 2021 1 0383690.3

专 利 申 请 日：2021 年 04 月 09 日

专 利 权 人：深圳市计量质量检测研究院（国家高新技术计量站、国家
数字电子产品质量监督检验中心）

地 址：518000 广东省深圳市南山区西丽街道同发路 4 号

授权公告日：2022 年 11 月 29 日 授权公告号：CN 113311155 B

国家知识产权局依照中华人民共和国专利法进行审查，决定授予专利权，颁发发明专利证书并在专利登记簿上予以登记。专利权自授权公告之日起生效。专利权期限为二十年，自申请日起算。

专利证书记载专利权登记时的法律状况。专利权的转移、质押、无效、终止、恢复和专利权人的姓名或名称、国籍、地址变更等事项记载在专利登记簿上。



局长
申长雨





第 1 页 (共 2 页)

其他事项参见续页

（二）标准制定或修订

我院具有参与制定或修订食品或食用农产品类国家标准 2 个，详见下表：随后附起草证明及标准文本。

序号	标准发布时间	类型	类别	委托方	名称
1	2024.2.8	食品安全 国家标准	第一承担单位	国家卫生健康委员会、国家市场监督管理总局	GB 1903.71-2024 食品安全国家标准 食品营养强化剂 全反式视黄醇
2	2025.3.16	食品安全 国家标准	参与	国家卫生健康委员会、国家市场监督管理总局	GB 5009.300-2025 食品安全国家标准 食品中左旋肉碱的测定

食品安全国家标准审评委员会

证 明

《食品安全国家标准 食品营养强化剂 全反式视黄醇》
(GB 1903.71-2024) 已批准发布。根据经食品安全国家标准
审评委员会审议通过的标准编制说明，该标准项目承担单位
与起草人情况如下：

项目承担单位：深圳市计量质量检测研究院、湖南省产
商品质量检验研究院。

标准起草人：杜业刚、孙桂芳、刘文丽、孙林、朱雨田、
董超先、徐文泱、张继红、杨滔、彭汝林、郑燕燕、李锦才、
张贵伟、温善萍、黎海华、唐文杰、言剑。

特此证明。

食品安全国家标准审评委员会秘书处办公室

2024年4月22日



中华人民共和国国家标准

GB 1903.71—2024

食品安全国家标准 食品营养强化剂 全反式视黄醇

2024-02-08 发布

2024-08-08 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会 发布
国家市场监督管理总局

食品安全国家标准

食品营养强化剂 全反式视黄醇

1 范围

本标准适用于以β-紫罗兰酮为主要原料,经化学合成制得食品营养强化剂全反式视黄醇。

2 化学名称、分子式、结构式和相对分子质量

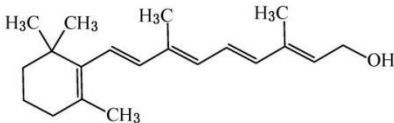
2.1 化学名称

全反式 3,7-二甲基-9-(2,6,6-三甲基-1-环己烯基-1)-2,4,6,8-壬四烯-1-醇

2.2 分子式

C₂₀H₃₀O

2.3 结构式



2.4 相对分子质量

286.46(按 2018 年国际相对原子质量)

3 技术要求

3.1 感官要求

感官要求应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项 目	要 求	检 验 方 法
色泽	淡黄色	将适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下,观察其色泽、状态,嗅其气味
气味	无酸败味	
状态	油状液体,冷冻可呈固态	

3.2 理化指标

理化指标应符合表 2 的规定。

GB 1903.71—2024

表 2 理化指标

项目		指标	检验方法
全反式视黄醇含量 ^a /(IU/g)	≥	2.5×10 ⁶	附录中 A.4
酸价(以 KOH 计)/(mg/g)	≤	2.0	附录中 A.5
过氧化值/(mmol/kg)	≤	10.0	附录中 A.6
铅(Pb)/(mg/kg)	≤	2.0	GB 5009.75 或 GB 5009.12
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤	2.0	GB 5009.76 或 GB 5009.11
注：商品化的全反式视黄醇产品以符合本标准的全反式视黄醇为原料，添加工艺所必需的食品原料和/或食品添加剂作为辅料，其质量、范围和使用量符合相应的食品安全国家标准。			
^a 全反式视黄醇含量以国际单位(IU)表示，1 IU 维生素 A=0.300 μg 全反式视黄醇；全反式视黄醇实际含量为标签标示值的 95.0%~110.0%。			

附录 A
检验方法

A.1 安全提示

试样应在密闭、避光和冷冻条件下贮存。配制的试样溶液应尽快使用。测定过程中,应最小程度地接触光、空气及其他氧化剂,建议使用棕色玻璃器皿。

A.2 一般规定

除另有说明外,本标准所用试剂均为分析纯,试验用水为 GB/T 6682 规定的三级水。试验方法中所用的标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品在没有注明其他要求时,应按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

A.3 鉴别试验

A.3.1 试剂和材料

A.3.1.1 三氯甲烷。

A.3.1.2 三氯化铋溶液:称取三氯化铋适量,加三氯甲烷溶解并定容,制成 250 g/L 的三氯化铋溶液。

A.3.1.3 展开剂:环己烷+乙醚=4+1。

A.3.1.4 全反式视黄醇标准品($C_{20}H_{30}O$, CAS 号:68-26-8):纯度 $\geq 95\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

A.3.2 仪器和设备

A.3.2.1 电子天平:感量为 0.000 1 g。

A.3.2.2 色谱用硅胶板。

A.3.2.3 展开缸:200 mm \times 200 mm。

A.3.3 鉴别方法

A.3.3.1 呈色试验

A.3.3.1.1 方法原理

全反式视黄醇和亲电试剂三氯化铋作用形成不稳定的蓝色碳鎓离子。

A.3.3.1.2 分析步骤

称取适量全反式视黄醇试样,加入三氯甲烷制成质量浓度为 6 $\mu\text{g/mL}$ 的样品溶液。取出 1 mL 样品溶液,加入 10 mL 的三氯化铋溶液(A.3.1.2),摇匀后静置,观察其颜色变化。

呈色要求:试样溶液立即显蓝色,并慢慢变成红色。符合呈色要求的试样再按照 A.3.3.2 的步骤进行薄层色谱分析。

A.3.3.2 薄层色谱分析

分别称取约 0.005 g 的全反式视黄醇标准品和试样,加三氯甲烷溶解并定容至 10 mL,然后各取 0.01 mL 进行薄层色谱分析,在展开剂(A.3.1.3)中展开。当展开剂(A.3.1.3)的最前端上升至距离点样

GB 1903.71—2024

点原线约 10 cm 时,停止展开,风干色谱用硅胶板。均匀喷洒三氯化锑溶液,观察试样溶液斑点和标准品溶液斑点的颜色,并按式(A.1)计算比移值 R_f 。

$$R_f = \frac{l}{l_0} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

l —— 原点至斑点中心的距离;

l_0 —— 原点至溶剂前沿的距离。

结果判断:试样溶液斑点和标准品溶液斑点均显蓝色且 R_f 值相同,即可判断试样可能为全反式视黄醇。

A.4 全反式视黄醇含量的测定

A.4.1 方法原理

试样中的全反式视黄醇加正己烷溶解后,正相液相色谱柱分离,紫外检测器检测,外标法计算试样中全反式视黄醇的含量。

A.4.2 试剂和材料

A.4.2.1 正己烷:色谱纯。

A.4.2.2 异丙醇:色谱纯。

A.4.2.3 二丁基羟基甲苯(BHT)。

A.4.2.4 全反式视黄醇标准品($C_{20}H_{30}O$,CAS 号:68-26-8)纯度 $\geq 95\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

A.4.2.5 9-顺式视黄醇($C_{20}H_{30}O$,CAS 号:22737-97-9)纯度 $\geq 95\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

A.4.2.6 水:GB/T 6682 规定的一级水。

A.4.3 仪器和设备

A.4.3.1 电子天平:感量为 0.000 1 g。

A.4.3.2 高效液相色谱仪,配紫外检测器。

A.4.4 参考色谱条件

A.4.4.1 色谱柱:多孔球形硅胶色谱柱(250 mm \times 4.6 mm,粒径 5 μ m,或同等性能色谱柱)。

A.4.4.2 柱温:25 $^{\circ}$ C。

A.4.4.3 流动相:正己烷+异丙醇=99+1。

A.4.4.4 流速:1.0 mL/min。

A.4.4.5 检测波长:325 nm。

A.4.4.6 进样量:20 μ L。

A.4.5 分析步骤

A.4.5.1 标准溶液的制备

标准储备溶液:称取 0.025 g 的全反式视黄醇标准品(A.4.2.4),精确至 0.000 1 g,置于小烧杯中,加入 0.05 g 二丁基羟基甲苯(BHT),加入适量正己烷,振摇使之完全溶解,转移至 50.0 mL 棕色容量瓶中,用正己烷定容至刻度,摇匀,得到标准储备液。将此溶液转移至棕色试剂瓶中,密封后在 -20 $^{\circ}$ C 下

避光保存,有效期1个月。临用前将溶液回温至20℃,并进行浓度校正(校正方法见附录B)。

标准工作溶液:准确吸取10.00 mL全反式视黄醇标准储备溶液于25.0 mL棕色容量瓶中,用正己烷稀释并定容至刻度,此溶液中全反式视黄醇的质量浓度为200 μg/mL。分别准确吸取该溶液0.050 0 mL、0.250 mL、0.500 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL于10.0 mL棕色容量瓶中,用正己烷稀释并定容至刻度,该标准工作溶液质量浓度为1.00 μg/mL、5.00 μg/mL、10.0 μg/mL、20.0 μg/mL、50.0 μg/mL、100 μg/mL,现配现用。

A.4.5.2 系统适用性溶液的制备

称取9-顺式视黄醇标准品0.010 g,精确至0.000 1 g,置于小烧杯中,加入0.1 g二丁基羟甲基苯(BHT),加入适量正己烷,振摇使之完全溶解,转移至100 mL的棕色容量瓶中,用正己烷定容至刻度,摇匀,得到9-顺式视黄醇的标准储备液。将此溶液转移至棕色试剂瓶中,密封后在-20℃下避光保存,有效期1年。根据上机浓度,移取一定量的全反式视黄醇和9-顺式视黄醇标准储备液,用正己烷稀释,配制成浓度比为全反式视黄醇:9-顺式视黄醇=10:1的混合标准溶液,经0.22 μm有机相滤膜过滤后供高效液相色谱测定。

A.4.5.3 试样溶液的制备

称取适量的试样(约相当于全反式视黄醇0.015 g),精确至0.000 1 g,置于小烧杯中,加入0.1 g二丁基羟甲基苯(BHT),加入适量正己烷,振摇使之完全溶解,转移至100.0 mL棕色容量瓶中,用正己烷定容至刻度,摇匀,得到试样储备液。根据试样浓度,用正己烷稀释,经0.22 μm有机相滤膜过滤后供高效液相色谱测定。

A.4.6 测定

A.4.6.1 系统适用性试验

在A.4.4参考色谱条件下,系统适用性试验溶液经高效液相色谱仪分析,全反式视黄醇色谱峰与9-顺式视黄醇色谱峰之间的分离度R应不小于1.5。

A.4.6.2 试样测定

在A.4.4参考色谱条件下,试样溶液和标准溶液经高效液相色谱仪分析,记录相应的峰面积(参考色谱图见附录C)。以峰面积为纵坐标,以标准工作液的浓度为横坐标绘制标准曲线,计算直线回归方程。采用外标法通过标准曲线计算试样中全反式视黄醇的浓度,再按式(A.2)计算试样中全反式视黄醇的含量。

A.4.7 空白试验

除不加试样外,按相同的测定步骤平行操作。

A.4.8 结果计算

全反式视黄醇的含量 ω_1 以国际单位每克(IU/g)计,按式(A.2)计算:

$$\omega_1 = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V_1 \times f}{m_1 \times 0.300} \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

ρ_1 ——试样中全反式视黄醇的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

ρ_0 ——空白试样中全反式视黄醇的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

GB 1903.71—2024

V_1 ——试样定容体积,单位为毫升(mL);

f ——稀释倍数;

m_1 ——试样的质量,单位为克(g);

0.300——换算系数(1 IU 维生素 A=0.300 μg 全反式视黄醇)。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留三位有效数字。

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 5%。

A.5 酸价的测定

A.5.1 试剂和材料

A.5.1.1 异丙醇。

A.5.1.2 乙醚。

A.5.1.3 氢氧化钾标准滴定水溶液; $c(\text{KOH})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

A.5.1.4 酚酞指示液;10 g/L 乙醇溶液。

A.5.1.5 乙醚与异丙醇混合液(1+1);将乙醚与异丙醇等体积互溶混合,现配现用。

A.5.2 仪器和设备

A.5.2.1 碘量瓶;250 mL。

A.5.2.2 滴定管;10 mL,最小刻度为 0.05 mL。

A.5.2.3 电子天平;感量为 0.001 g。

A.5.3 分析步骤

A.5.3.1 试样测定

称取 5.0 g 试样,精确至 0.001 g,置于碘量瓶中,加入 50 mL 乙醚与异丙醇混合液,盖上盖子振摇溶解并混匀。加入 3 滴~5 滴酚酞指示液,用 0.1 mol/L 氢氧化钾标准滴定溶液滴定至微显粉红色,且 15 s 无明显褪色即为终点。立刻停止滴定,记录此滴定所消耗的氢氧化钾标准滴定溶液的毫升数。

A.5.3.2 空白试验

除不加试样外,均按 A.5.3.1 进行。

A.5.4 结果计算

酸价(以 KOH 计) ω_2 以毫克每克(mg/g)计,按式(A.3)计算:

$$\omega_2 = \frac{(V_2 - V_0) \times c_2 \times 56.1}{m_2} \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

V_2 ——试样所消耗氢氧化钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验所消耗氢氧化钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c_2 ——氢氧化钾标准滴定溶液的摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

56.1——氢氧化钾的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

m_2 ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留两位有效数字。

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 10%。

A.6 过氧化值的测定

A.6.1 试剂和材料

A.6.1.1 冰乙酸。

A.6.1.2 三氯甲烷。

A.6.1.3 三氯甲烷-冰乙酸混合液(40+60):量取 40 mL 三氯甲烷,加 60 mL 冰乙酸,混匀。

A.6.1.4 碘化钾饱和溶液:现配现用,确保溶液中有结晶存在,存放于避光处。

A.6.1.5 硫代硫酸钠标准滴定溶液(0.1 mol/L):称取 26 g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$),加入 0.2 g 无水碳酸钠,溶于 1 L 水中,缓缓煮沸 10 min,冷却。放置两周后过滤、标定。

A.6.1.6 硫代硫酸钠标准滴定溶液(0.002 mol/L):用新煮沸冷却的水稀释 0.1 mol/L 的硫代硫酸钠标准滴定溶液至 0.002 mol/L。现配现用。

A.6.1.7 淀粉指示剂(1%):称取 0.5 g 可溶性淀粉,加少量水调成糊状,边搅拌边倒入 50 mL 沸水,煮沸搅匀后,放冷备用。现配现用。

A.6.2 仪器和设备

A.6.2.1 碘量瓶:250 mL。

A.6.2.2 滴定管:10 mL,最小刻度为 0.05 mL。

A.6.2.3 电子天平:感量为 0.001 g。

A.6.3 分析步骤

A.6.3.1 试样测定

准确称取 5.0 g 试样,精确至 0.001 g,置于碘量瓶中,加入 30 mL 三氯甲烷-冰乙酸混合液(A.6.1.3),盖上盖子振摇溶解并混匀。迅速准确加入 1.00 mL 饱和碘化钾溶液,塞紧瓶盖,轻轻振摇混匀,置于暗处反应 1 min,然后加入 100 mL 水和 1 mL 淀粉指示剂,用 0.002 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液进行滴定,边滴定边摇动碘量瓶,连续滴定至蓝色消失即为终点。立刻停止滴定,记录此滴定所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的毫升数。

A.6.3.2 空白试验

除不加试样外,均按 A.6.3.1 进行。

A.6.4 结果计算

过氧化值 ω_3 以毫摩尔每千克(mmol/kg)计,按式(A.4)计算:

$$\omega_3 = \frac{(V_3 - V_0) \times c_3 \times 1\,000}{2 \times m_3} \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

V_3 ——试样所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c_3 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

1 000 ——换算系数;

m_3 ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留两位有效数字。在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于算术平均值的 10%。

GB 1903.71—2024

附录 B

全反式视黄醇标准溶液浓度校正方法

B.1 试剂和材料

B.1.1 无水乙醇。

B.2 仪器和设备

B.2.1 紫外分光光度计。

B.2.2 1 cm 石英比色杯。

B.3 分析步骤

取全反式视黄醇标准储备溶液 50 μL ，置于 10 mL 的棕色容量瓶中，用无水乙醇定容至刻度，混匀。
用 1 cm 石英比色杯，以无水乙醇为空白参比，在 325 nm 处测定其吸光度。

B.4 结果计算

全反式视黄醇的质量浓度按式(B.1)计算：

$$X = \frac{A \times 10^4}{E} \quad \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

式中：

X ——全反式视黄醇标准稀释液的质量浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)；

A ——全反式视黄醇稀释液的紫外吸光度；

E ——1 835，全反式视黄醇 1%比色吸光系数；

10^4 ——换算系数。

附录 C
全反式视黄醇标准品色谱图

全反式视黄醇标准品色谱图 (50.0 mg/L) 见图 C.1。

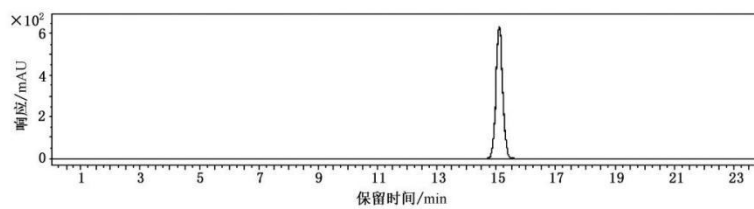


图 C.1 全反式视黄醇标准品 (50.0 mg/L) 色谱图

食品安全国家标准审评委员会

证 明

《食品安全国家标准 食品中左旋肉碱的测定》（GB 5009.300-2025）已批准发布。根据经食品安全国家标准审评委员会审议通过的标准编制说明，该标准项目承担单位与起草人情况如下：

项目承担单位：四川省食品检验研究院（原四川省食品药品检验检测院）、**深圳市计量质量检测研究院**、上海市质量监督检验技术研究院、中国乳制品工业协会、中国食品科学技术学会。

标准起草人：余晓琴、李澍才、肖伟敏、葛淑丽、岳增君、陈铮、张协光、郑国建、魏宇涛、蓝雄、罗江钊、刘永固、杨国武、温泉、杨俊、彭亚锋。

特此证明。

食品安全国家标准审评委员会秘书处办公室

2025年6月10日





中华人民共和国国家标准

GB 5009.300—2025

食品安全国家标准 食品中左旋肉碱的测定

2025-03-16 发布

2025-09-16 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会 发布
国家市场监督管理总局

前 言

本标准代替 GB 29989—2013《食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中左旋肉碱的测定》。

本标准与 GB 29989—2013 相比,主要变化如下:

- 标准名称更改为《食品安全国家标准 食品中左旋肉碱的测定》;
- 更改了分光光度法;
- 增加了“第二法 柱前衍生-高效液相色谱法”;
- 增加了“第三法 液相色谱-串联质谱法”。

食品安全国家标准

食品中左旋肉碱的测定

1 范围

本标准规定了食品中左旋肉碱的测定方法。

第一法分光光度法适用于婴幼儿食品(不含特殊医学用途婴儿配方食品中的乳蛋白部分水解配方、乳蛋白深度水解配方和氨基酸配方)和乳品中左旋肉碱的测定。

第二法柱前衍生-高效液相色谱法适用于食品(不含特殊医学用途婴儿配方食品)和特殊医学用途配方食品)中左旋肉碱的测定。

第三法液相色谱-串联质谱法适用于婴幼儿配方食品和特殊医学用途配方食品中左旋肉碱的测定。

第一法 分光光度法

2 原理

试样经过水提取,用高氯酸沉淀蛋白质后过滤。滤液中结合态的左旋肉碱经碱皂化游离出来,与乙酰辅酶 A 在乙酰肉碱转移酶的催化下反应生成乙酰肉碱和游离的辅酶 A。游离的辅酶 A 和 5,5'-二硫双(2-硝基苯甲酸)反应生成黄色物质,其颜色深浅与游离的辅酶 A 含量成正比。因游离的辅酶 A 与左旋肉碱是等摩尔反应关系,可间接求出试样中左旋肉碱的含量。

3 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

3.1 试剂

3.1.1 高氯酸(HClO_4)。

3.1.2 氢氧化钠(NaOH)。

3.1.3 氢氧化钾(KOH)。

3.1.4 5,5'-二硫双(2-硝基苯甲酸)($\text{C}_{14}\text{H}_8\text{N}_2\text{O}_8\text{S}_2$)。

3.1.5 N-2-羟乙基哌嗪-N-2-乙烷磺酸($\text{C}_8\text{H}_{18}\text{N}_2\text{O}_4\text{S}$)。

3.1.6 乙二醇四乙酸二钠($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。

3.1.7 乙酰辅酶 A(AcetylCoA):纯度 $\geq 85\%$,在 $2\text{ }^\circ\text{C} \sim 8\text{ }^\circ\text{C}$ 下保存。

3.1.8 乙酰肉碱转移酶(CAT):在 $2\text{ }^\circ\text{C} \sim 8\text{ }^\circ\text{C}$ 下保存。

3.2 试剂配制

3.2.1 高氯酸溶液(13%):吸取 13 mL 高氯酸,用水稀释至 100 mL。

3.2.2 高氯酸溶液(3%):吸取 3 mL 高氯酸,用水稀释至 100 mL。

GB 5009.300—2025

3.2.3 氢氧化钠溶液(10 mol/L):称取 40 g 氢氧化钠用水溶解,冷却后稀释至 100 mL。

3.2.4 氢氧化钾溶液(4 mol/L):称取 22.4 g 氢氧化钾用水溶解,冷却后稀释至 100 mL。

3.2.5 显色储备液:分别称取 50 mg 5,5'-二硫双(2-硝基苯甲酸)、5.96 g *N*-2-羟乙基哌嗪-*N*-2-乙烷磺酸、185 mg 乙二胺四乙酸二钠溶于 30 mL 水中,用 10 mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 至 7.4~7.6,然后用水稀释至 50 mL。4 °C 保存,有效期 3 个月。

3.2.6 显色工作液:吸取 5 mL 显色储备液用水稀释至 25 mL。

3.2.7 乙酰辅酶 A(AcetylCoA)溶液:称取 20 mg 乙酰辅酶 A 溶于 2 mL 水中。临用现配。

3.2.8 乙酰肉碱转移酶(CAT)溶液:吸取 100 μL 乙酰肉碱转移酶悬浮液,加水至 2 mL,混匀。临用现配。

3.3 标准品

左旋肉碱标准品($C_7H_{15}NO_3$,CAS 号:541-15-1):纯度 $\geq 98\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。使用前于 $102\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热鼓风干燥箱中干燥 2 h。

3.4 标准溶液配制

3.4.1 左旋肉碱标准储备液(1 mg/mL):准确称取 10 mg(精确至 0.01 mg)左旋肉碱置于 10 mL 烧杯中,加入 5 mL 水溶解,全部转移至 10 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,混匀。将溶液转移至棕色容器中,4 °C 避光保存,有效期 3 个月。

3.4.2 左旋肉碱标准中间液(80 μg/mL):吸取左旋肉碱标准储备液 2.00 mL,置于 25 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,混匀。将溶液转移至棕色容器中,4 °C 避光保存,有效期 1 个月。

3.4.3 左旋肉碱系列标准工作液:分别吸取左旋肉碱标准中间液 0.125 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 置于 25 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,混匀,即得。该系列标准工作液质量浓度分别为 0.4 μg/mL、1.6 μg/mL、3.2 μg/mL、6.4 μg/mL、9.6 μg/mL、16 μg/mL。临用现配。

4 仪器和设备

4.1 分析天平:感量分别为 0.001 g 和 0.01 mg。

4.2 pH 计。

4.3 恒温水浴装置。

4.4 分光光度计。

4.5 电热鼓风干燥箱。

5 分析步骤

5.1 试样处理

5.1.1 固态试样:准确称取 5.0 g(精确至 0.001 g)混合均匀的试样于烧杯中,用 30 mL 40 °C 温水溶解,转入 100 mL 容量瓶中。加入 10 mL 高氯酸溶液(13%),混合均匀后静置 20 min。用水定容至刻度,混匀,用定量滤纸过滤。

取滤液 20 mL,用氢氧化钾溶液(4 mol/L)调节 pH 至 12.5~13.0 后,置于 40 °C 水浴中 60 min。冷却后先用高氯酸溶液(13%)将 pH 调至 9~10,再用高氯酸溶液(3%)将 pH 调节至 7.0~7.5。将样液转入 50 mL 容量瓶中,用水定容。混匀后置于 4 °C 冰箱中静置 2 h 以上。将试样处理液从冰箱中取出放置至室温,取上清液,用 0.45 μm 滤膜过滤后备用。

5.1.2 液态试样:准确称取 25.0 g(精确至 0.001 g)混合均匀的试样,转入 100 mL 容量瓶中。后续步骤按 5.1.1 中“加入 10 mL 高氯酸溶液(13%),混合均匀后静置 20 min……”处理。

5.2 标准曲线的绘制

吸取左旋肉碱系列标准工作液 2.00 mL 于 1 cm 比色皿中,加入 0.80 mL 显色工作液和 100 μ L 乙酰辅酶 A 溶液,盖上比色皿盖,混合均匀后放入分光光度计中,分光光度计的波长调为 412 nm,5 min 后归零。迅速加入 100 μ L 乙酰肉碱转移酶溶液,混合均匀后放入分光光度计中,反应 10 min 后记录吸光值。以左旋肉碱系列标准工作液的浓度为横坐标,以吸光值为纵坐标,制作标准曲线。

5.3 试样测定

取 2.00 mL 试样处理液按 5.2 的步骤测定其吸光值。在标准曲线上查得试样待测液的浓度。

6 分析结果的表述

试样中左旋肉碱的含量按式(1)计算。

$$X = \frac{c \times 50}{m \times V \times 10} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X —— 试样中左旋肉碱的含量,单位为毫克每百克(mg/100 g);

c —— 由标准曲线得到的试样溶液中左旋肉碱的质量浓度,单位为微克每毫升(μ g/mL);

50 —— 样液的定容体积,单位为毫升(mL);

m —— 试样的取样质量,单位为克(g);

V —— 滤液的体积,单位为毫升(mL);

10 —— 换算系数;

100 —— 样液的定容体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留至小数点后 2 位。

7 精密度

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10%。

8 其他

固态试样的方法检出限为 0.6 mg/100 g,定量限为 2 mg/100 g。液态试样的方法检出限为 0.12 mg/100 g,定量限为 0.4 mg/100 g。

第二法 柱前衍生-高效液相色谱法

9 原理

试样中的左旋肉碱经稀盐酸提取、碱皂化、乙腈沉淀蛋白后,用阳离子交换固相萃取柱净化。净化液中的左旋肉碱在氯甲酸丁酯、三乙胺的催化下与 L-丙酰胺- β -萘胺发生衍生反应,衍生物用高效液相

GB 5009.300—2025

色谱仪测定,外标法定量。

10 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

10.1 试剂及材料

- 10.1.1 甲醇(CH_3OH):色谱纯。
- 10.1.2 无水乙醇($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$)。
- 10.1.3 氨水($\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$)。
- 10.1.4 盐酸(HCl)。
- 10.1.5 氢氧化钾(KOH)。
- 10.1.6 二氯甲烷(CH_2Cl_2)。
- 10.1.7 三乙胺($\text{C}_6\text{H}_{15}\text{N}$)。
- 10.1.8 氯甲酸丁酯($\text{C}_5\text{H}_9\text{ClO}_2$)。
- 10.1.9 *L*-丙酰胺- β -萘胺($\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}$):CAS 号为 720-82-1。
- 10.1.10 碳酸氢钠(NaHCO_3)。
- 10.1.11 三水合磷酸氢二钾($\text{K}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)。
- 10.1.12 磷酸(H_3PO_4)。
- 10.1.13 辛烷磺酸钠($\text{C}_8\text{H}_{19}\text{NaO}_4\text{S}$)。
- 10.1.14 混合型阳离子交换固相萃取柱(MCX):60 mg/3 mL 或相当者;使用前依次使用 3 mL 甲醇、3 mL 水和 3 mL 盐酸溶液(10 mmol/L)进行活化。
- 10.1.15 微孔滤膜:0.45 μm ,水系。

10.2 试剂配制

- 10.2.1 盐酸溶液(1 mol/L):吸取 90 mL 盐酸,加水稀释至 1 000 mL。
- 10.2.2 盐酸溶液(0.1 mol/L):吸取 9 mL 盐酸,加水稀释至 1 000 mL。
- 10.2.3 盐酸溶液(10 mmol/L):吸取 10 mL 盐酸溶液(0.1 mol/L),加水稀释至 100 mL。
- 10.2.4 氢氧化钾溶液(1 mol/L):称取 56 g 氢氧化钾,用水溶解并稀释至 1 000 mL。
- 10.2.5 4% 氨水甲醇溶液:吸取 4 mL 氨水,加甲醇稀释至 100 mL。
- 10.2.6 衍生溶液:称取 0.45 g *L*-丙酰胺- β -萘胺,用无水乙醇溶解并稀释至 100 mL,于-18 $^{\circ}\text{C}$ 下保存,有效期 2 周。
- 10.2.7 催化剂 I:称取 0.5 g 三乙胺,加二氯甲烷稀释至 100 mL。
- 10.2.8 催化剂 II:称取 0.5 g 氯甲酸丁酯,加二氯甲烷稀释至 100 mL。
- 10.2.9 碳酸氢钠溶液(50 mmol/L):称取 0.42 g 碳酸氢钠,用水溶解并稀释至 100 mL。
- 10.2.10 磷酸盐缓冲溶液:称取 3.4 g 三水合磷酸氢二钾和 0.43 g 辛烷磺酸钠,用 900 mL 水溶解,用磷酸调节 pH 至 2.5~2.8 后,用水稀释至 1 000 mL。

10.3 标准品

同 3.3。

10.4 标准溶液配制

- 10.4.1 左旋肉碱标准储备液(1 mg/mL):同 3.4.1。

10.4.2 左旋肉碱标准中间液(10 $\mu\text{g/mL}$):吸取左旋肉碱标准储备液 0.25 mL 置于 25 mL 容量瓶中,用甲醇定容至刻度,混匀。临用现配。

10.4.3 左旋肉碱系列标准工作液:分别吸取左旋肉碱标准中间液 0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.0 mL 置于 10 mL 容量瓶中,用甲醇定容至刻度,混匀,即得。该系列标准工作液质量浓度分别为 0.200 $\mu\text{g/mL}$ 、0.500 $\mu\text{g/mL}$ 、1.00 $\mu\text{g/mL}$ 、2.00 $\mu\text{g/mL}$ 、5.00 $\mu\text{g/mL}$ 、10.0 $\mu\text{g/mL}$ 。临用现配。

11 仪器和设备

11.1 高效液相色谱仪:配有紫外检测器或二极管阵列检测器。

11.2 分析天平:感量分别为 0.001 g 和 0.01 mg。

11.3 涡旋混合器。

11.4 离心机,转速 $\geq 4\,000\text{ r/min}$ 。

11.5 氮气浓缩装置。

11.6 超声波清洗仪。

11.7 恒温水浴装置。

11.8 pH 计。

11.9 电热鼓风干燥箱。

12 分析步骤

12.1 试样制备

液态试样摇匀;基质均匀的半固态试样和粉状试样直接用于提取;其他试样需匀浆或粉碎均匀。

12.2 试样提取

12.2.1 固态试样:称取 5.0 g(精确至 0.001 g)试样置于 150 mL 锥形瓶中,加入 20 mL 盐酸溶液(0.1 mol/L),涡旋混匀 1 min,超声 5 min 溶解试样,加入 5 mL 氢氧化钾溶液(1 mol/L)涡旋混匀,于 60 $^{\circ}\text{C}$ 水浴皂化 30 min,冷却至室温,加入 5 mL 盐酸溶液(1 mol/L),涡旋混匀 1 min,转移至 50 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(0.1 mol/L)定容至刻度,摇匀。吸取 1.00 mL 提取液,加入 9.00 mL 乙腈,涡旋混匀 1 min,4 000 r/min 离心 5 min,所得上清液待净化。

注:左旋肉碱含量大于 1 000 mg/kg 的试样,试样应先用 水溶解并稀释至左旋肉碱含量小于或等于 1 000 mg/kg 后,按照 12.2.1 中提取方法进行提取。

12.2.2 液态试样:称取 25.0 g(精确至 0.001 g)试样置于 150 mL 锥形瓶中,加入 5 mL 氢氧化钾溶液(1 mol/L)涡旋混匀,于 60 $^{\circ}\text{C}$ 水浴皂化 30 min,冷却至室温,加入 5 mL 盐酸溶液(1 mol/L),涡旋混匀 1 min,转移至 50 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(0.1 mol/L)定容至刻度,摇匀。吸取 1.00 mL 提取液,加入 9.00 mL 乙腈,涡旋混匀 1 min,4 000 r/min 离心 5 min,所得上清液待净化。

注:左旋肉碱含量大于 200 mg/kg 的试样,试样应先用 水稀释至左旋肉碱含量小于或等于 200 mg/kg 后,按照 12.2.2 中提取方法进行提取。

12.3 净化

吸取 1.00 mL 待净化溶液于活化好的固相萃取柱中,以 1 滴/s 的速度过柱,用 3 mL 盐酸溶液(10 mmol/L)淋洗,弃去淋洗液,真空抽 5 min 尽量除去柱中水分,用 3 mL 4% 氨水甲醇溶液洗脱,收集洗脱液,于 45 $^{\circ}\text{C}$ 氮气浓缩至干。所得残渣待衍生。

GB 5009.300—2025

12.4 衍生

在残渣中加入 0.5 mL 衍生溶液,涡旋 1 min,超声 30 s 溶解残渣,再依次加入 0.5 mL 催化剂 I 和 0.5 mL 催化剂 II,剧烈涡旋 3 min,室温下放置反应 10 min。反应完成后,加入 2.00 mL 碳酸氢钠溶液 (50 mmol/L),剧烈涡旋混匀 3 min 终止反应,4 000 r/min 离心 3 min,取上层水相用 0.45 μm 滤膜过滤,制得试样待测液。

12.5 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下。

- a) 色谱柱: C₁₈ 色谱柱 (3.0 mm × 150 mm, 2.7 μm) 或性能相当者。
- b) 流动相 A: 乙腈-甲醇 (1+1), 流动相 B: 磷酸盐缓冲溶液; 洗脱比例为 A : B (35 : 65, 体积比)。
- c) 流速: 0.6 mL/min。
- d) 柱温: 35 ℃。
- e) 检测波长: 244 nm。
- f) 进样体积: 10 μL。

12.6 标准曲线的制作

吸取 1.00 mL 左旋肉碱系列标准工作液,于 45 ℃ 氮气浓缩至干后按 12.4 衍生化,分别注入高效液相色谱仪中,测定相应的峰面积,以系列标准工作液的浓度为横坐标,以左旋肉碱衍生物的峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。标准溶液的色谱图参见附录 A 中图 A.1。

12.7 试样溶液的测定

将试样待测液注入高效液相色谱仪中,以保留时间定性,测得待测物峰面积,根据标准曲线得到待测液中左旋肉碱的浓度。

12.8 空白试验

除不加试样外,均按上述操作步骤进行。

13 分析结果的表述

试样中左旋肉碱的含量按式 (2) 计算。

$$X = \frac{c \times V \times 10}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- X —— 试样中左旋肉碱的含量,单位为毫克每百克 (mg/100 g);
- c —— 由标准曲线得到的试样溶液中左旋肉碱的质量浓度,单位为微克每毫升 (μg/mL);
- V —— 样液的定容体积,单位为毫升 (mL);
- 10 —— 稀释倍数;
- m —— 试样的取样质量,单位为克 (g);
- 1 000 —— 换算系数;
- 100 —— 换算系数。

计算结果保留至小数点后 2 位。

14 精密度

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10%。

15 其他

固态试样的方法检出限为 0.6 mg/100 g, 定量限为 2 mg/100 g。液态试样的方法检出限为 0.12 mg/100 g, 定量限为 0.4 mg/100 g。

第三法 液相色谱-串联质谱法

16 原理

试样用水溶解或稀释, 经微波提取后, 用液相色谱-串联质谱仪测定, 同位素内标法定量。

17 试剂和材料

除非另有说明, 本方法所用试剂均为分析纯, 水为 GB/T 6682 规定的一级水。

17.1 试剂及材料

17.1.1 硝酸(HNO_3): 分析纯或更高纯度。

17.1.2 乙腈($\text{C}_2\text{H}_5\text{N}$): 色谱纯。

17.1.3 甲酸铵(NH_4COOH): 色谱纯。

17.1.4 甲酸(HCOOH): 色谱纯。

17.1.5 微孔滤膜: 0.22 μm , 水系。

17.2 试剂配制

17.2.1 流动相 A[5 mmol/L 甲酸铵乙腈-水溶液(含 0.2% 甲酸)]: 称取 0.63 g 甲酸铵, 溶于 1 L 水中, 再加入 1 L 乙腈和 4 mL 甲酸, 混匀, 即得。

17.2.2 流动相 B[30 mmol/L 甲酸铵乙腈-水溶液(含 0.2% 甲酸)]: 称取 3.78 g 甲酸铵, 溶于 1 L 水中, 再加入 1 L 乙腈和 4 mL 甲酸, 混匀, 即得。

17.3 标准品

左旋肉碱标准品($\text{C}_7\text{H}_{15}\text{NO}_3$, CAS 号: 541-15-1): 纯度 $\geq 98\%$, 或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。使用前于 102 $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 中干燥 2 h。

左旋肉碱同位素内标: 左旋肉碱- d_3 ($\text{C}_7\text{H}_{12}\text{D}_3\text{NO}_3$, CAS 号: 350818-62-1), 纯度 $\geq 95\%$, 或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

17.4 标准溶液配制

17.4.1 左旋肉碱标准储备液(20 mg/mL): 准确称取 200 mg(精确至 0.1 mg)左旋肉碱置于 10 mL 烧杯中, 加入 5 mL 水溶解, 全部转移至 10 mL 容量瓶中, 用水定容至刻度, 混匀。将溶液转移至棕色容器

GB 5009.300—2025

中,4℃避光保存,有效期6个月。

17.4.2 左旋肉碱标准工作液:分别吸取左旋肉碱标准储备液(20 mg/mL) 0.005 mL、0.01 mL、0.25 mL、1.00 mL、2.00 mL、2.50 mL置于10 mL容量瓶中,用水定容至刻度,混匀,即得。该系列标准工作液质量浓度分别为10.0 μg/mL、20.0 μg/mL、500 μg/mL、2 000 μg/mL、4 000 μg/mL、5 000 μg/mL。左旋肉碱标准工作液(10.0 μg/mL、20.0 μg/mL)需临用现配;左旋肉碱标准工作液(500 μg/mL、2 000 μg/mL、4 000 μg/mL、5 000 μg/mL)需4℃避光保存,有效期3个月。

17.4.3 同位素内标溶液(200 μg/mL):准确称取10 mg(精确至0.1 mg)左旋肉碱-*d*₃置于10 mL烧杯中,加入5 mL水溶解,全部转移至50 mL容量瓶中,用水定容至刻度,混匀。将溶液转移至棕色容器中,4℃避光保存,有效期3个月。

17.4.4 左旋肉碱系列标准工作液:分别吸取上述各浓度的左旋肉碱标准工作液50.0 μL于微波消解罐中,加入50.0 μL同位素内标溶液,按照19.2中方法同法操作,即得。该系列标准工作液质量浓度分别为10.0 ng/mL、20.0 ng/mL、500 ng/mL、2 000 ng/mL、4 000 ng/mL、5 000 ng/mL。

18 仪器和设备

18.1 液相色谱-串联三重四极杆质谱仪:配有电喷雾(ESI)离子源。

18.2 分析天平:感量分别为0.001 g和0.1 mg。

18.3 涡旋混合器。

18.4 超声波清洗仪。

18.5 微波消解仪:配有聚四氟乙烯消解内罐。

18.6 电热鼓风干燥箱。

19 分析步骤

19.1 试样制备

液态试样摇匀;基质均匀的半固态试样和粉状试样直接用于提取;其他试样需匀浆或粉碎均匀。

19.2 试样提取

固态试样:称取5.0 g(精确至0.001 g)试样于50 mL离心管中,加入40.0 g水,涡旋混匀1 min,超声5 min溶解试样,冷却至室温,摇匀,即得固态试样溶解液,称重。称取固态试样溶解液1.0 g(精确至0.001 g)于微波消解罐中,加入50.0 μL同位素内标溶液、5 mL水和2.5 mL硝酸,涡旋混匀,旋紧罐盖,置微波消解仪中进行提取(10 min升至120℃,保持40 min,最大功率1 000 W)。冷却后取出,缓慢打开罐盖排气,用水稀释至25 mL,混匀,用0.22 μm微孔滤膜过滤,备用。吸取滤液0.50 mL,加入乙腈0.50 mL,混匀,供液相色谱-串联质谱仪测定。

液态试样:称取1.0 g(精确至0.001 g)试样于微波消解内罐中,加入50 μL同位素内标溶液、5 mL水和2.5 mL硝酸,涡旋混匀,旋紧罐盖,置微波消解仪中进行提取(10 min升至120℃,保持40 min,最大功率1 000 W)。冷却后取出,缓慢打开罐盖排气,用水稀释至25 mL,混匀,用0.22 μm微孔滤膜过滤,备用。吸取滤液0.50 mL,加入乙腈0.50 mL,混匀,供液相色谱-串联质谱仪测定。

19.3 仪器条件

19.3.1 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下。

- a) 色谱柱:强阳离子交换色谱柱(3.0 mm×50 mm,5 μm)或性能相当者。
- b) 流动相 A:5 mmol/L 甲酸铵乙腈-水溶液(含 0.2%甲酸),流动相 B:30 mmol/L 甲酸铵乙腈-水溶液(含 0.2%甲酸),梯度洗脱程序见表 1。
- c) 流速:1.0 mL/min。
- d) 柱温:40 ℃。
- e) 进样体积:1 μL。

表 1 梯度洗脱条件

时间/min	A/%	B/%
0	100	0
1.0	100	0
1.5	0	100
2.5	0	100
3.0	100	0
4.2	100	0

19.3.2 质谱参考条件

- 质谱参考条件如下。
- a) 离子化模式:电喷雾电离正离子模式(ESI⁺)。
 - b) 扫描方式:多反应监测模式(MRM)。
 - c) 干燥气温度与流速:300 ℃,10 L/min。
 - d) 鞘气温度与流速:320 ℃,10 L/min。
 - e) 毛细管电压:3 500 V。
 - f) 左旋肉碱及其内标物的定量和定性离子、碰撞能量和碎裂电压参数见表 2。

表 2 质谱参数

化合物	母离子(<i>m/z</i>)	子离子(<i>m/z</i>)	碰撞能量/eV	碎裂电压/eV
左旋肉碱	162.1	103 [*]	80	22
	162.1	59.1	80	22
左旋肉碱- <i>d</i> ₃	165	103	80	22
[*] 为定量离子。				

19.4 标准曲线的制作

将左旋肉碱系列标准工作液分别注入液相色谱-串联质谱仪中,测定相应的峰面积,以系列标准工作液中左旋肉碱的浓度为横坐标,以左旋肉碱的响应值与内标的响应值的比值为纵坐标,绘制标准曲线。标准溶液的色谱图见图 A.2。

19.5 定性判定

按照 19.3 的条件测定试样溶液和标准工作液,如果试样中的目标化合物色谱峰保留时间与标准工

GB 5009.300—2025

作溶液一致(变化范围在±2.5%之内);试样中目标化合物的相对离子丰度与标准溶液的相对离子丰度的偏差不超过表 3 规定的范围,则可判定试样中存在左旋肉碱。

表 3 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度(X)	$X > 50$	$20 < X \leq 50$	$10 < X \leq 20$	$X \leq 10$
允许的相对偏差/%	±20	±25	±30	±50

19.6 空白试验

除不加试样外,均按上述操作步骤进行。

20 分析结果的表述

20.1 固态试样中左旋肉碱的含量按式(3)计算。

$$X = \frac{c \times V \times 2 \times m_w}{m \times m_s} \times \frac{1}{10\,000} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- X —— 固态试样中左旋肉碱的含量,单位为毫克每百克(mg/100 g);
 - c —— 由标准曲线得到的试样溶液中左旋肉碱的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
 - V —— 提取后的定容体积,单位为毫升(mL);
 - 2 —— 稀释倍数;
 - m_w —— 固态试样溶解液的总质量,单位为克(g);
 - m —— 固态试样溶解液的取样质量,单位为克(g);
 - m_s —— 固态试样的取样质量,单位为克(g);
 - 10 000 —— 换算系数。
- 计算结果保留小数点后 2 位。

20.2 液态试样中左旋肉碱的含量按式(4)计算。

$$X = \frac{c \times V \times 2}{m} \times \frac{1}{10\,000} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- X —— 液态试样中左旋肉碱的含量,单位为毫克每百克(mg/100 g);
 - c —— 由标准曲线得到的试样溶液中左旋肉碱的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);
 - V —— 提取后的定容体积,单位为毫升(mL);
 - 2 —— 稀释倍数;
 - m —— 液体试样的取样质量,单位为克(g);
 - 10 000 —— 换算系数。
- 计算结果保留小数点后 2 位。

21 精密度

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10%。

22 其他

固态试样的方法检出限为 0.09 mg/100 g, 定量限为 0.45 mg/100 g。液态试样的方法检出限为 0.01 mg/100 g, 定量限为 0.05 mg/100 g。

GB 5009.300—2025

附录 A 左旋肉碱色谱图

A.1 左旋肉碱标准溶液(1 $\mu\text{g/mL}$)的柱前衍生液相色谱图见图 A.1。

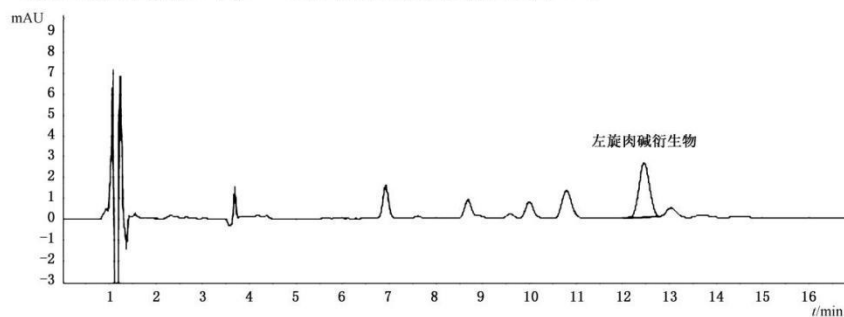
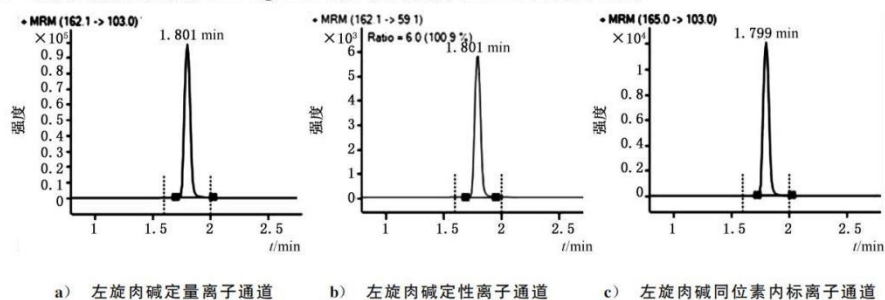


图 A.1 左旋肉碱标准溶液(1 $\mu\text{g/mL}$)柱前衍生液相色谱图

A.2 左旋肉碱标准溶液(500 ng/mL)的多反应监测(MRM)图见图 A.2。



a) 左旋肉碱定量离子通道 b) 左旋肉碱定性离子通道 c) 左旋肉碱同位素内标离子通道

图 A.2 左旋肉碱标准溶液(500 ng/mL)(含内标)的多反应监测(MRM)图

（三）软件著作权

我院具有具有实验室食品检测或食品类管理系统相关软件著作权的4个，详见下表：
随后软件著作权登记证书。

序号	授权公告日	类型	类别	名称
1	2023.9.28	食品检测软件著作权	第一专利权人	食品安全检测实验室数据处理系统 [简称：LIMS 食品线]V1.0
2	2024.11.1	食品检测软件著作权	第一专利权人	食品检测大数据分析系统 V1.0
3	2024.11.1	食品检测软件著作权	第一专利权人	食品检测数据管理系统 V1.0
4	2019.1.5	食品检测软件著作权	第二专利权人	食品快速检测智能应用系统 [简称:食品快检]V1.0

1. 食品安全检测实验室数据处理系统[简称: LIMS 食品线]V1.0

中华人民共和国国家版权局	
计算机软件著作权登记证书	
证书号: 软著登字第11764816号	
软件名称:	食品安全检测实验室数据处理系统 [简称: LIMS食品线] V1.0
著作权人:	深圳市计量质量检测研究院(国家高新技术计量站、国家数字电子产品质量监督检验中心)
开发完成日期:	2019年02月28日
首次发表日期:	2019年03月01日
权利取得方式:	原始取得
权利范围:	全部权利
登记号:	2023SR1177643
根据《计算机软件保护条例》和《计算机软件著作权登记办法》的规定, 经中国版权保护中心审核, 对以上事项予以登记。	
 	
 2023年09月28日	

2. 食品检测大数据分析系统 V1.0



3. 食品检测数据管理系统 V1.0



4. 食品快速检测智能应用系统[简称:食品快检]V1.0

中华人民共和国国家版权局
计算机软件著作权登记证书

证书号： 软著登字第3613367号

软 件 名 称： 食品快速检测智能应用系统
[简称：食品快检]
V1.0

著 作 权 人： 深圳市创联云科技有限公司;深圳市计量质量检测研究院

开发完成日期： 2019年01月05日

首次发表日期： 未发表

权利取得方式： 原始取得

权 利 范 围： 全部权利

登 记 号： 2019SR0192600

根据《计算机软件保护条例》和《计算机软件著作权登记办法》的规定，经中国版权保护中心审核，对以上事项予以登记。



No. 03655683


2019年02月27日