

高效液相色谱 在食品行业的应用

大连依利特分析仪器有限公司

Dalian Elite Analytical Instruments Co., Ltd.

目录

前言	4
第一部分 食品分析实例	5
第一章 食品添加剂	5
苯甲酸、山梨酸、糖精钠分析实例	6
6 种着色剂分析实例	6
苏丹红分析实例	6
孔雀石绿分析实例	7
面粉中过氧化苯甲酸分析实例	7
蜂蜜中羟甲基糠醛分析实例	7
蜂胶中吡啶甲酸铬分析实例	8
面粉种溴酸盐离子分析实例	8
养生酒中枸橼酸西地那非分析实例	8
烟碱分析实例	9
三聚氰胺分析实例	9
第二章 食品接触材料	10
双酚 A 分析实例	10
邻苯二甲酸酯分析实例	10
第三章 药物残留	11
肉制品中四环素、土霉素残留分析实例	12
肉制品中氯霉素残留分析实例	12
肉制品中呋喃唑酮残留分析实例	12
肉制品中呋喃它酮残留分析实例	13
果蔬中多菌灵残留分析实例	13
灭多威分析实例	13
草甘膦分析实例	14
甲磺隆分析实例	14
氟铃脲分析实例	14
第四章 糖类化合物	15
糖醇分析实例	15

海藻糖分析实例	15
糖类分析实例 1	16
糖类分析实例 2	16
莱鲍迪昔 C 分析实例	16
第五章 有机酸	17
有机酸分析实例 1	17
有机酸分析实例 2	17
第六章 其他营养物质(有效成分).....	18
18 种氨基酸分析实例	18
维生素 B2 分析实例	18
辣椒碱分析实例	19
茶叶中咖啡碱分析实例	19
啤酒花浸膏中有效成分分析实例	19
葡萄酒中阴离子分析实例	20
蜂王浆中 10-羟基-2-癸烯酸分析实例	20
第七章 其他有害物质分析	21
黄曲霉毒素分析实例	21
第八章 水质分析	22
水质中苯胺类物质分析实例	22
水质中 5 种生物胺分析实例	22
水质中 16 种多环芳烃分析实例	23
第二部分 样品制备方法	24
常见的样品制备方法	24
第三部分 食品中相关物质检测的仪器配置	27
附录 1	28
大连依利特分析仪器有限公司简介	28
附录 2	32
大连依利特有限公司产品介绍	32

前言

食品包括常规产品和特殊食品，是关系人们生存质量的必需品。食品安全是指食品无毒、无害，符合应当有的营养要求，对人体健康不造成任何急性、亚急性或慢性危害。食品安全关系着人们的身体健康和生命安全，经济健康发展、国家安定和社会发展与稳定的重大的问题。

随着科学技术的发展以及对利益的盲目追求，一些企业和商人在食品加工过程中使用劣质原料、添加有毒物质、超量添加食品添加剂或添加非食用物质，使得我们的食品安全问题受到严重的威胁。“三鹿事件”、“双汇瘦肉精”、地沟油，一起起食品安全事件发生后，整个社会对食品安全问题日趋关注，并且把食品安全问题提到了前所未有的高度。

截止到 2012 年，卫生部已经公布了 6 批食品中可能添加的非食用物质和易滥用物质，同时还公布了违禁食品添加剂名单和禁用饲料添加剂名单。GB 2760-2011《食品添加剂使用卫生标准》还对食品添加剂限量重新做了调整。不仅中国，目前全世界范围都在关注食品安全问题，尤其是发达国家，已经制定了越来越严格的法规来限制食品中添加剂、残留化合物及有毒物质的用量。

越来越多的食品安全问题，必须要有相应的分析检测方法来检测这些物质，提高人民的食品安全系数。对于食品安全检测水平的高低，很多程度上取决于分析技术的水平。随着分析技术的发展，食品安全检测技术也有了很大的提高。在食品安全检测中，高效液相色谱法被广泛应用。

大连依利特分析仪器有限公司一直致力于分析技术及应用的开发，在色谱分析应用领域，一直是分析技术和应用的领航者。为此，我们加大开展食品安全领域的应用，形成了《依利特液相色谱在食品分析领域应用图集》，该应用文集分为两个部分，第一部分是食品分析举例，每一个实例中均包含色谱图、分析条件及仪器配置；第二部分介绍了液相色谱样品的制备方法；第三部分介绍了依利特公司产品。

我们希望此应用文集能给广大用户在食品分析方面提供一个参考，并且能为用户提供一个解决方案。

第一部分 食品分析实例

第一章 食品添加剂

食品添加剂是为改善食品色、香、味等品质，以及为防腐和加工工艺的需要而加入食品中天然物质或化合物。目前我国食品添加有 23 个类别，2000 多个品种，包括酸度调节剂、抗结剂、消泡剂、抗氧化剂、着色剂、防腐剂、甜味剂等。

公众谈食品添加剂色变，更多的原因是混淆了非法添加剂和食品添加剂的概念。食品添加剂大大促进了食品工业的发展，它给食品工业带来了许多好处，主要有：防腐变质、改善感官、保持营养、方便供应、方便加工，但是其本身不一定具有营养价值，而且有些对人体还具有一定的毒性，如在食品工艺中无限制使用，可能会引起各种形式的毒理表现，特别是非法添加剂。所以检验食品中食品添加剂的种类及含量，已成为保证消费者健康的关键。



苯甲酸、山梨酸、糖精钠分析实例

流动相：甲醇: 20mmol/L 乙酸铵溶液=15:85

色谱柱：SinoChrom ODS-BP(5 μ m, 4.6mm \times 250mm)

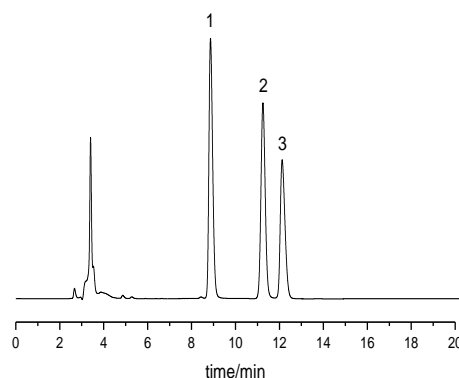
流速：1mL/min

检测：UV230nm

进样量：10 μ L

1.苯甲酸, 2.山梨酸, 3.糖精钠

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置



6 种着色剂分析实例

流动相 A：甲醇, 流动相 B：20mmol/L 乙酸铵溶液

0~5~12~18min, 流动相 B：80%~65%~2%~2%

色谱柱：SinoChrom ODS-BP(5 μ m, 4.6mm \times 250mm)

流速：1mL/min

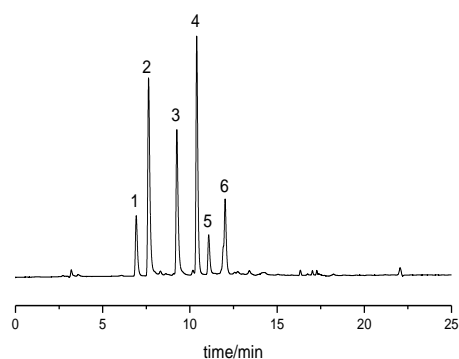
检测：UV254nm

进样量：10 μ L

1.柠檬黄, 2.苋菜红, 3.胭脂红, 4.日落黄,

5 诱惑红, 6.栀子黄

仪器配置：P1201 梯度度基本配置/P230 II 梯度基本配置



苏丹红分析实例

流动相：乙腈:10%乙酸水溶液=90:10

色谱柱：SinoChrom ODS-BP(5 μ m, 4.6mm \times 250mm)

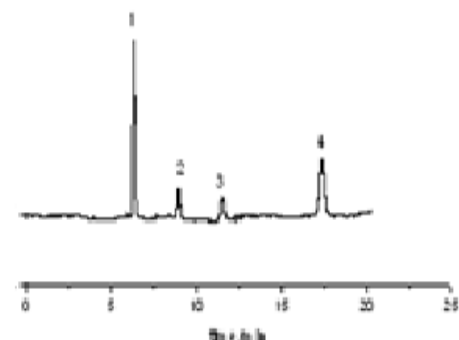
流速：1mL/min

检测：UV500nm

进样量：10 μ L

1.苏丹红 I, 2.苏丹红 II, 3.苏丹红III, 4.苏丹红IV

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置



孔雀石绿分析实例

流动相：乙腈:乙酸铵(pH=4.5)=80:20

色谱柱：SinoChrom ODS-BP(5 μ m, 4.6mm \times 250mm)

流速：1.2mL/min

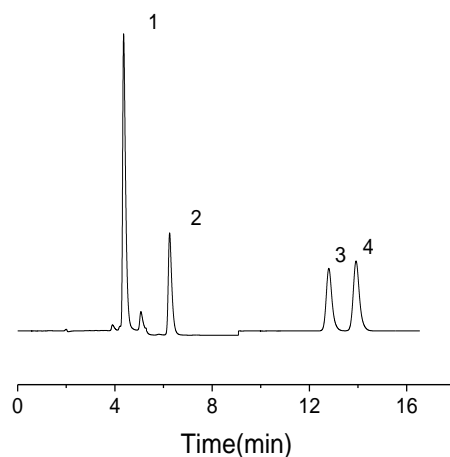
检测：0~6~min, 618nm~588nm~266nm

进样量：20 μ L

1.孔雀石绿, 2.结晶紫,

3.隐形孔雀石绿, 4.隐形结晶紫

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置



面粉中过氧化苯甲酸分析实例

流动相：甲醇:20mmol/L 乙酸铵溶液=10: 90

色谱柱：SinoChrom ODS-BP(5 μ m, 4.6 \times 250mm)

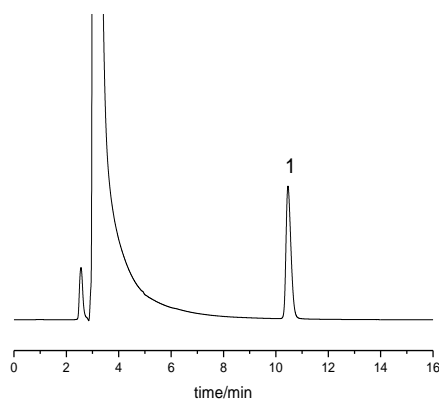
流速：1mL/min

检测波长：UV230nm

进样量：10 μ L

1.过氧化苯甲酰

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置



蜂蜜中羟甲基糠醛分析实例

流动相：甲醇:水=10:90

色谱柱：Hypersil BDS C18(5 μ m, 4.6mm \times 250mm)

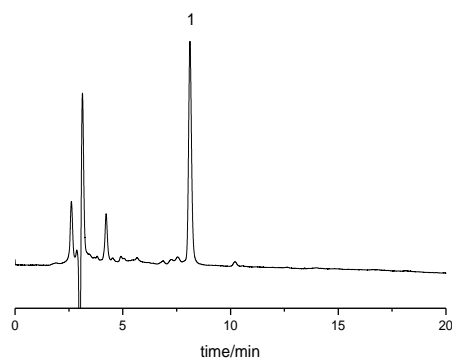
流速：1mL/min

检测：UV285nm

进样量：10 μ L

1.羟甲基糠醛

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置



蜂胶中吡啶甲酸铬分析实例

流动相：乙腈:0.125mol/L 磷酸缓冲液=75:425

色谱柱：Hypersil ODS2 (5 μ m , 4.6 \times 250mm)

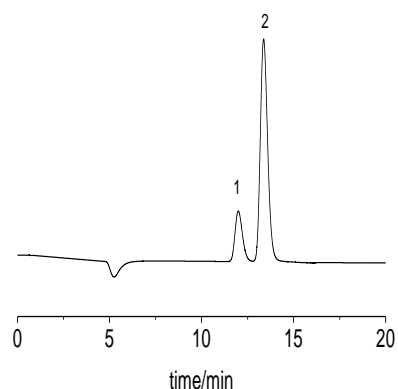
流速：1.0mL/min

检测波长：UV254nm

进样量：20 μ L

1. 吡啶甲酸铬

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置



面粉种溴酸盐离子分析实例

流动相：3.8mmol/LNaCO₃+1.8mmol/LNaHCO₃

色谱柱：Shodex IC SI-52 4E(4.6 \times 250mm)

流速：0.5mL/min

检测波长：ECD

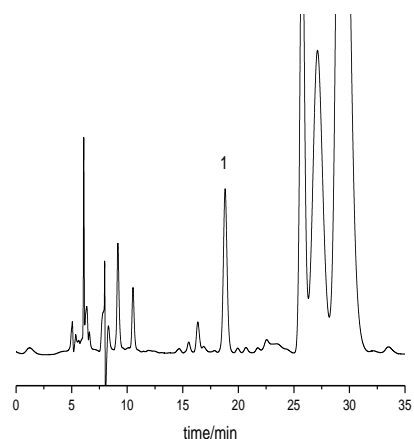
进样量：20 μ L

柱温：25 $^{\circ}$ C

1. BrO₃⁻, 2. Cl⁻

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置

+ZW II 色谱柱恒温箱



养生酒中枸橼酸西地那非分析实例

流动相：甲醇:水=10:90

色谱柱：SinoChrom ODS-BP(5 μ m, 4.6mm \times 250mm)

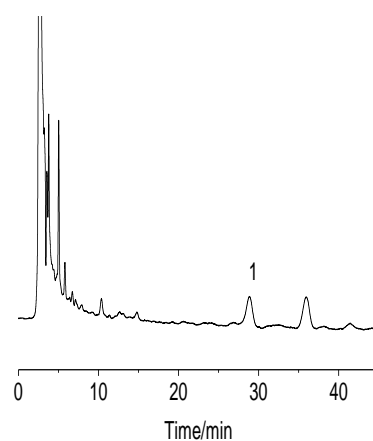
流速：1mL/min

检测：UV290nm

进样量：10 μ L

1.枸橼酸西地那非

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置



烟碱分析实例

流动相：甲醇:5mmol/L 辛烷磺酸钠溶液=50:50

色谱柱：Kromasil C18(5 μ m, 4.6mm \times 250mm)

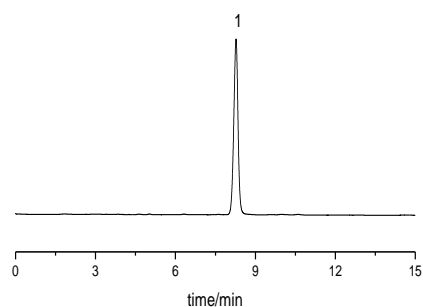
流速：1mL/min

检测：UV229nm

进样量：20 μ L

1. 烟碱

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置



三聚氰胺分析实例

流动相：乙腈:10mmol/L 辛烷磺酸钠/10mmol/L 柠檬酸溶液=10:90

色谱柱：Elite MSP C18(5 μ m, 4.6mm \times 250mm)

流速：1mL/min

检测：UV240nm

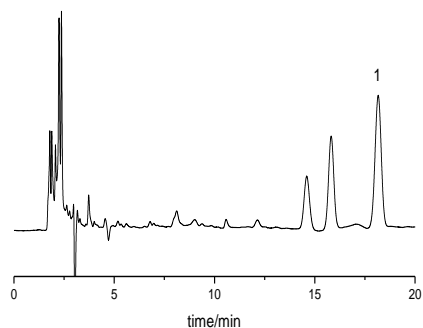
进样量：20 μ L

柱温：40 $^{\circ}$ C

1. 三聚氰胺

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置

+ZW II 色谱柱恒温箱



第二章 食品接触材料

不但食品中过量添加食品添加剂或添加违禁食品添加剂会对人体的健康有害，食品接触材料中添加此类物质也会对人们的健康带来不利影响。

食品接触材料是指食品包装、食品器皿、以及用于食品加工和制备食品的辅助材料、设备、工具等一切与食品接触的材料和制品。



双酚 A 分析实例

流动相：甲醇:水=70:30

色谱柱：SinoChrom ODS-BP(5 μ m, 4.6mm \times 250mm)

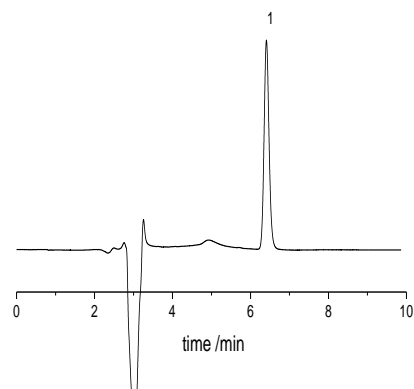
流速：1mL/min

检测：UV227nm

进样量：20 μ L

1. 双酚 A

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置



邻苯二甲酸酯分析实例

流动相 A：乙腈，流动相 B：水

0~15~23min，流动相 B：40%~40%~0%

色谱柱：Hypersil BDS C18(5 μ m, 4.6mm \times 250mm)

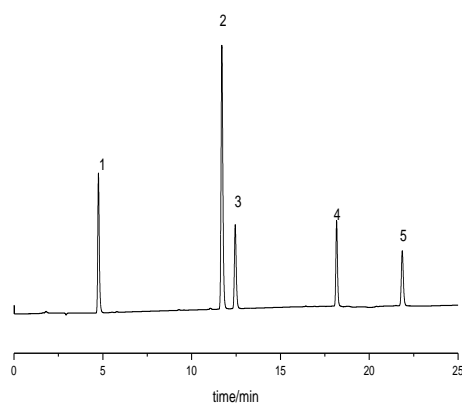
流速：1mL/min

检测：UV228nm

进样量：10 μ L

1.DMP, 2.DBP, 3.BBP, 4.DNHP, 5.DOP

仪器配置：P1201 梯度基本配置/P230 II 梯度基本配置



第三章 药物残留

现代化的畜禽喂养过程中，必须防止由于病毒、细菌、真菌导致的各种疾病。为防止和控制这类疾病，畜禽企业普遍使用抗生素类药物。动物服用了这类药物，会在体内残留，进而危害人类的健康。

在农业生产中，农药可以防止病虫害，刺激植物生长，提高产量，造成了农药在果蔬中的残留问题。食用含有药物残留的食品，使人类的健康受到了极大的威胁，引起了世界各国的关注。因此，对食品中药物残留的问题，必须加以检测，以保证食品安全。



肉制品中四环素、土霉素残留分析实例

流动相：乙腈:0.1%三氟乙酸溶液=19:81

色谱柱：SinoChrom ODS-BP(5 μ m, 4.6 \times 250mm)

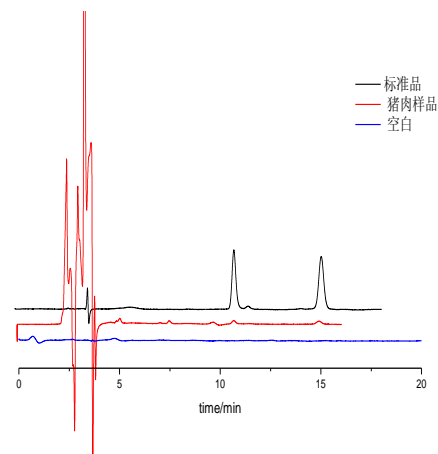
流速：1mL/min

检测波长：UV355nm

进样量：10 μ L

1.土霉素, 2.四环素

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置



肉制品中氯霉素残留分析实例

流动相：甲醇:水=48:52

色谱柱：Hypersil GOLD(5 μ m, 4.6 \times 250mm)

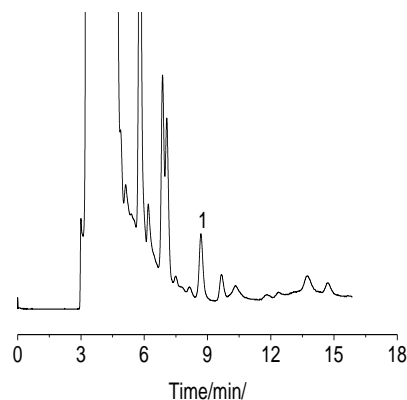
流速：1mL/min

检测波长：UV270nm

进样量：20 μ L

1.氯霉素

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置



肉制品中呋喃唑酮残留分析实例

流动相：乙腈:水=25:75

色谱柱：Hypersil GOLD(5 μ m, 4.6 \times 250mm)

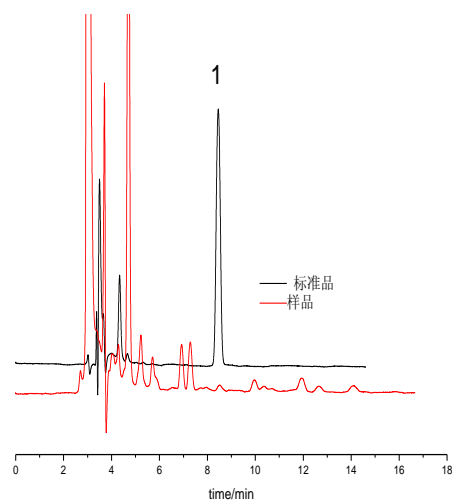
流速：1mL/min

检测波长：UV367nm

进样量：20 μ L

1.呋喃唑酮

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置



肉制品中呋喃它酮残留分析实例

流动相：乙腈:0.1%磷酸水溶液=10:90

色谱柱：Hypersil GOLD(5 μ m, 4.6 \times 250mm)

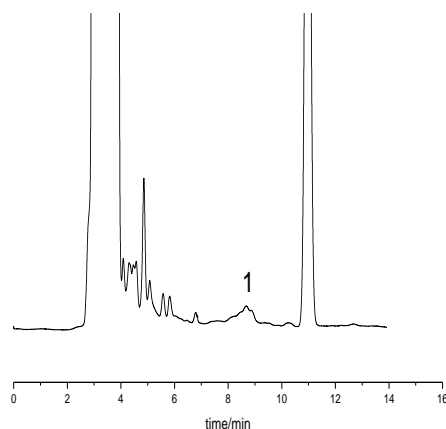
流速：1mL/min

检测波长：UV361nm

进样量：20 μ L

1.呋喃它酮

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置



果蔬中多菌灵残留分析实例

流动相：乙:腈水=25:75

色谱柱：SinoChrom ODS-BP(5 μ m, 4.6 \times 250mm)

流速：1mL/min

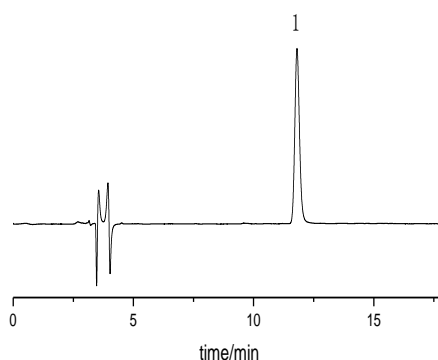
检测波长：UV286nm

进样量：10 μ L

柱温：30 $^{\circ}$ C

1.多菌灵

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置



灭多威肟分析实例

流动相：甲醇:水=50:50

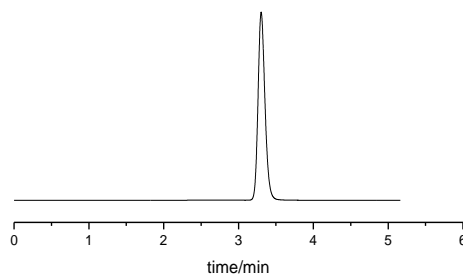
色谱柱：SinoChrom ODS-BP(5 μ m, 4.6 \times 250mm)

流速：1.0mL/min

检测波长：UV235nm

进样量：10 μ L

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置



草甘膦分析实例

流动相：9g/L 磷酸二氢钾溶液(磷酸调 pH=2.1)

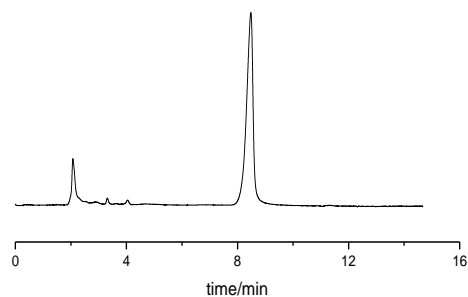
色谱柱：Hypersil SAX(5 μ m , 4.6 \times 250mm)

流速：1.0mL/min

检测波长：UV195nm

进样量：10 μ L

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置



甲磺隆分析实例

流动相：甲醇:水:醋酸=64:40:0.1

色谱柱：Hypersil BDS C18(5 μ m , 4.6 \times 250mm)

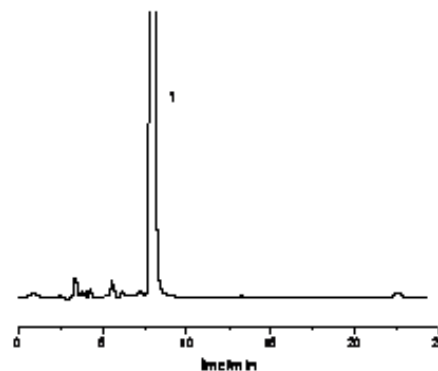
流速：0.8mL/min

检测波长：UV254nm

进样量：20 μ L

1. 甲磺隆

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置



氟铃脲分析实例

流动相：乙腈:0.1%甲酸=2:98

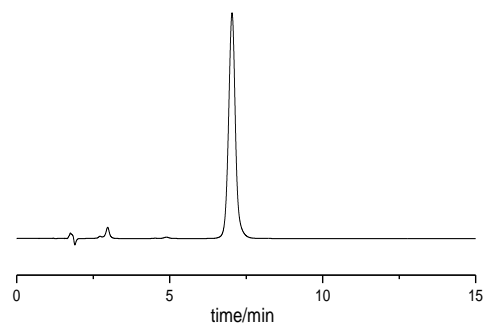
色谱柱：SinoChrom ODS-BP(5 μ m , 4.6 \times 250mm)

流速：1.0mL/min

检测：RI

进样量：10 μ L

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置



第四章 糖类化合物

食品中含有不同化学反应活性和分子量的糖类化合物，主要有葡萄糖、蔗糖、麦芽糖、淀粉、纤维素等。这些糖类化合物没有紫外发光基团或荧光发光基团，无法用紫外-可见或荧光检测技术分析，只能选择通用的检测手段。

糖醇分析实例

流动相：水

色谱柱：SUGAR SC1011(8.0×300mm)

流速：0.5mL/min

检测：RI

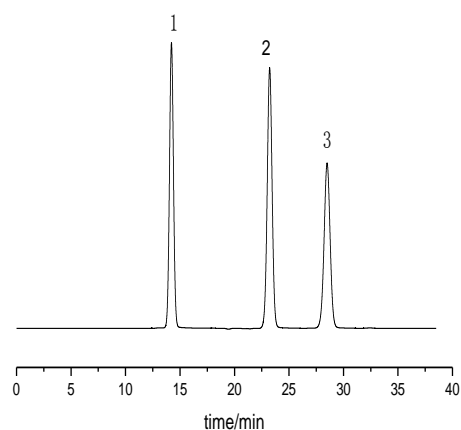
进样量：10 μ L

柱温：80℃

池温：55℃

1.乳糖醇，2.甘露糖醇，3.山梨糖醇

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置



海藻糖分析实例

流动相：乙腈:水=70:30

色谱柱：Hypersil NH2(5 μ m , 4.6mm×150mm)

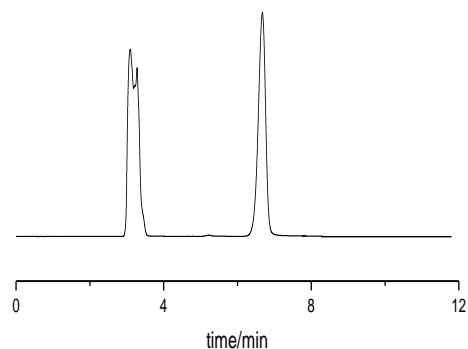
流速：1mL/min

检测：RI

进样量：10 μ L

柱温：30℃

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置



糖类分析实例 1

流动相：乙腈:水=77:23

色谱柱：Hypersil NH2(5 μ m, 4.6mm \times 250mm)

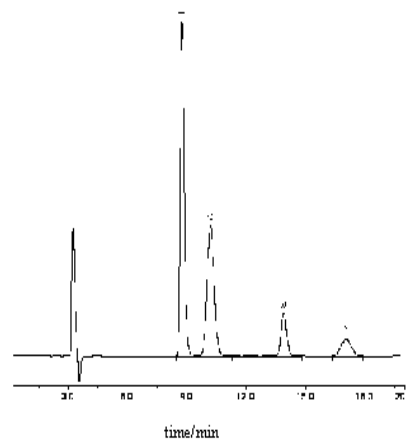
流速：1mL/min

检测：RI

进样量：20 μ L

1.果糖, 2.葡萄糖, 3.蔗糖, 4.麦芽糖

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置



糖类分析实例 2

流动相：乙腈:水=60:40

色谱柱：Hypersil NH2(5 μ m, 4.6mm \times 250mm)

流速：1mL/min

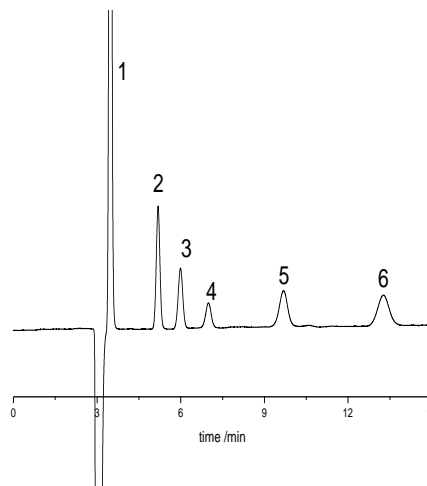
检测：RI

进样量：20 μ L

1.乙醇, 2.葡萄糖, 3.麦芽糖, 4.麦芽三糖

5.麦芽五糖, 6.麦芽七糖

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置



莱鲍迪苷 C 分析实例

流动相：乙腈:醋酸铵缓冲液=32:68

色谱柱：SinoChrom ODS-BP(5 μ m, 4.6mm \times 250mm)

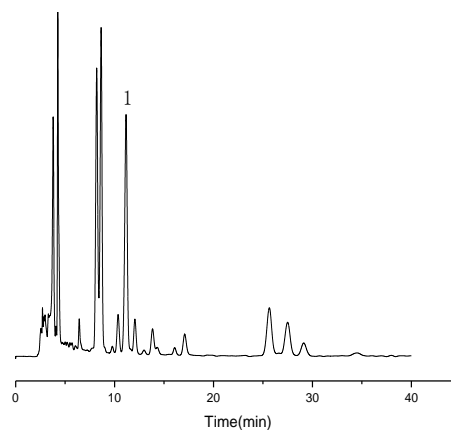
流速：1mL/min

检测：UV210nm

进样量：20 μ L

1.莱鲍迪苷 C

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置



第五章 有机酸

食品中酸的种类很多，可分为有机酸和无机酸两类，但是主要为有机酸。有机酸通常以游离状态存在食品中，部分以酸式状态存在。

食品中常见的有机酸有柠檬酸、苹果酸、酒石酸、草酸、琥珀酸、乳酸等。

有机酸分析实例 1

流动相：甲醇:0.1%的 85%磷酸水溶液=10:90

色谱柱：SinoChrom ODS-BP(5 μ m, 4.6mm \times 250mm)

流速：1mL/min

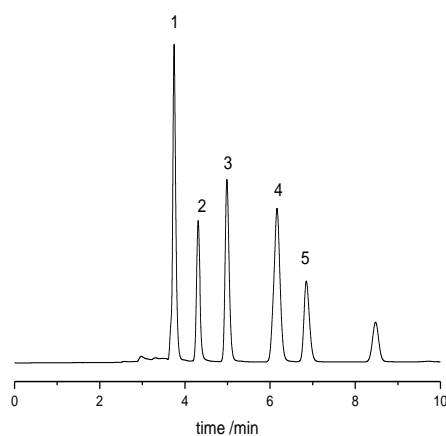
检测：UV210nm

进样量：10 μ L

1.酒石酸，2.苹果酸，3.乳酸，

4.柠檬酸，5.琥珀酸

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置



有机酸分析实例 2

流动相：甲醇:0.1%的 85%磷酸水溶液=10:90

色谱柱：SinoChrom ODS-BP(5 μ m, 4.6mm \times 250mm)

流速：1mL/min

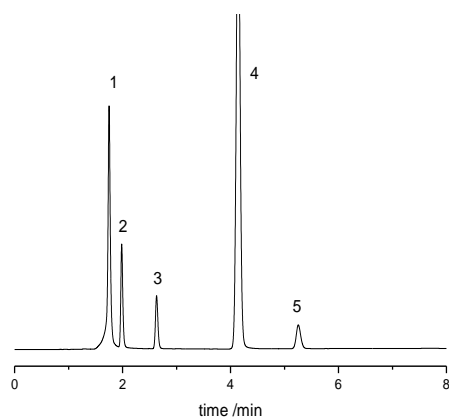
检测：UV210nm

进样量：10 μ L

1.草酸，2.甲酸，3.乙酸，

4.延胡索酸，5.丙酸

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置



第六章 其他营养物质(有效成分)

食品中营养物质主要有蛋白质(氨基酸)、维生素等。蛋白质是由氨基酸组成的具有一定构架的高分子化合物，是构成组织和细胞的重要物质；维生素是维持人体生命活动必需的一类有机物质，也是保持人体健康的必需物质。

18 种氨基酸分析实例

流动相 A: 乙腈:水=50:50, 流动相 B: 缓冲液

0~0.3~4~9.5~17~28~34min, 84~84~69~64~45~35~0

色谱柱: Elite AAK(5 μ m, 4.6mm \times 250mm)

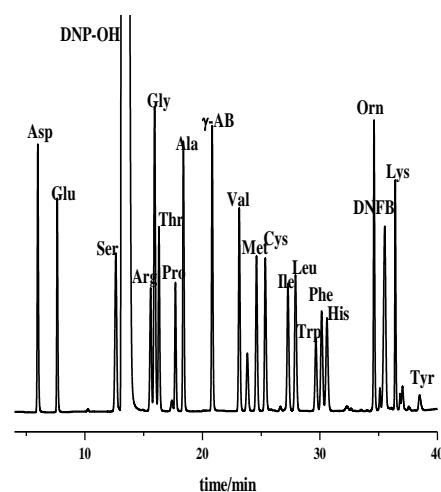
流速: 1mL/min

检测: UV360nm

进样量: 10 μ L

柱温: 27 $^{\circ}$ C

仪器配置: P1201 梯度基本配置/P230 II 梯度基本配置



维生素 B2 分析实例

流动相: 甲醇:0.054mol/L 磷酸二氢钾水溶液=15:85

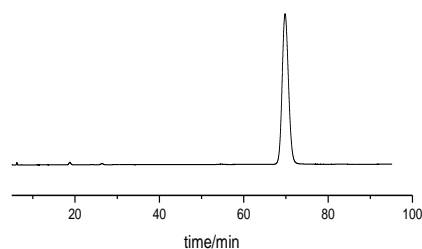
色谱柱: Hypersil BDS C18(5 μ m, 4.6mm \times 250mm)

流速: 1mL/min

检测波长: UV267nm

进样量: 20 μ L

仪器配置: P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置



辣椒碱分析实例

流动相 A: 甲醇:水=63:37

色谱柱: Hypersil ODS2(5 μ m, 4.6mm \times 250mm)

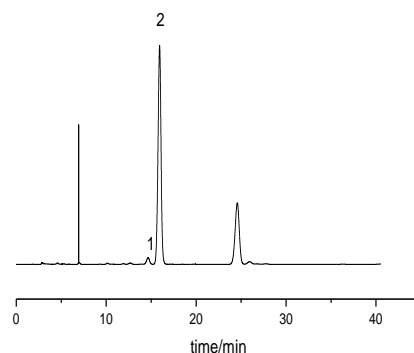
流速: 1mL/min

检测: UV280nm

进样量: 10 μ L

1. 二氢辣椒碱, 2. 辣椒碱

仪器配置: P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置



茶叶中咖啡碱分析实例

流动相 A: 甲醇, 流动相 B: 2%醋酸水溶液

0~5~25~30~30min, 流动相 B: 90%~90%~45%~45%

色谱柱: SinoChrom ODS-BP(5 μ m, 4.6mm \times 250mm)

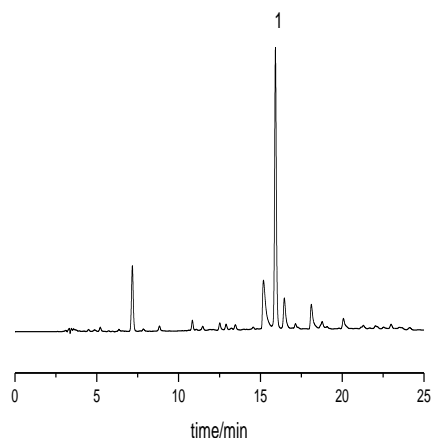
流速: 1mL/min

检测: UV278nm

进样量: 10 μ L

柱温: 35 $^{\circ}$ C

仪器配置: P1201 梯度基本配置/P230 II 梯度基本配置



啤酒花浸膏中有效成分分析实例

流动相: 乙腈:0.1%磷酸=65:35

色谱柱: SinoChrom ODS-BP (5 μ m, 4.6mm \times 250mm)

流速: 1mL/min

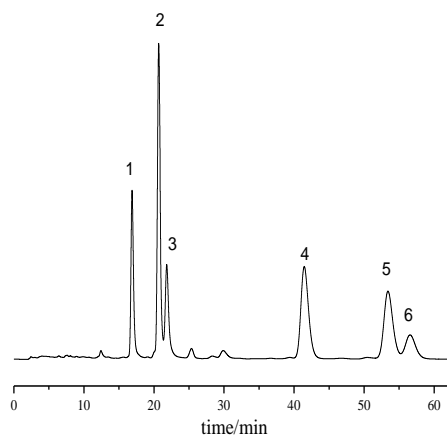
检测波长: UV315nm

进样量: 10 μ L

1.合葎草酮, 2.葎草酮, 3.加葎草酮

4.合蛇麻酮, 5.蛇麻酮, 6.加蛇麻酮

仪器配置: P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置



葡萄酒中阴离子分析实例

流动相：8mM 4-Hydroxybenzoic acid+2.8mM Bis-Tris+2mM Phenylboronic acid+5 μ M CyDTA

色谱柱：Shodex IC NI-424

流速：0.9mL/min

检测波长：ECD

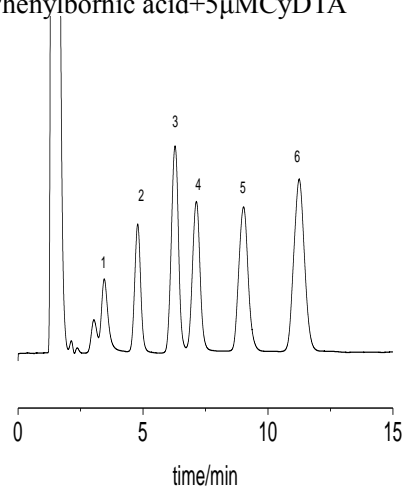
进样量：10 μ L

柱温：40 $^{\circ}$ C

1.H₂PO₄⁻, 2.F⁻, 3.Cl⁻, 4.NO₂⁻, 5.Br⁻, 6.SO₄⁻

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置

+ZW II 色谱柱恒温箱



蜂王浆中 10-羟基-2-癸烯酸分析实例

流动相：甲醇:0.03mol/L 盐酸溶液:水=55:10:35

色谱柱：SinoChrom ODS-BP(5 μ m, 4.6mm \times 250mm)

流速：1mL/min

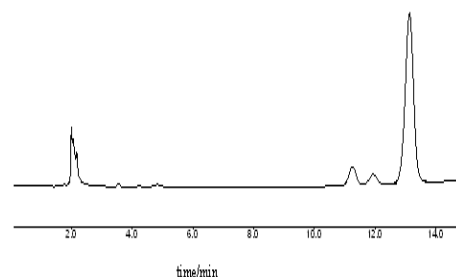
检测波长：UV210nm

进样量：10 μ L

柱温：35 $^{\circ}$ C

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置

+ZW II 色谱柱恒温箱



第七章 其他有害物质分析

食品中有害物质除了人为添加的有害物质外，还有一类就是在储藏、加工过程中产生的有害物质。例如：大豆、玉米在粗藏过程中产生的黄曲霉毒素、酿酒过程中产生的甲醇、杂醇油等有害物质，这类物质会严重危害人类的健康。

黄曲霉毒素分析实例

流动相：甲醇:乙腈:水=20:20:60

色谱柱：SinoChrom ODS-BP(5 μ m, 4.6mm \times 200mm)

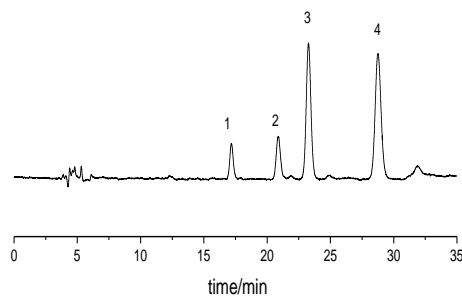
流速：0.8mL/min

检测波长：激发 360，发射 420nm

进样量：20 μ L

1. G2, 2. G1, 3.B2, 4.B1

仪器配置：P1201 等度基本配置/P230 II 等度基本配置



第八章 水质分析

不单食品中过量添加食品添加剂或添加违禁食品添加剂会对人体的健康有害,食品接触材料中添加此类物质也会对人们的健康带来不利影响。

食品接触材料是指食品包装、食品器皿、以及用于食品加工和制备食品的辅助材料、设备、工具等一切与食品接触的材料和制品。

水质中苯胺类物质分析实例

流动相 A: 甲醇, 流动相 B: 10mmol/L pH=7 磷酸盐缓冲液

0~2~10~13~15min, 流动相 B: 57%~57%~43%~43%~57%

色谱柱: Hypersil ODS2(5 μ m, 4.6mm \times 250mm)

流速: 1mL/min

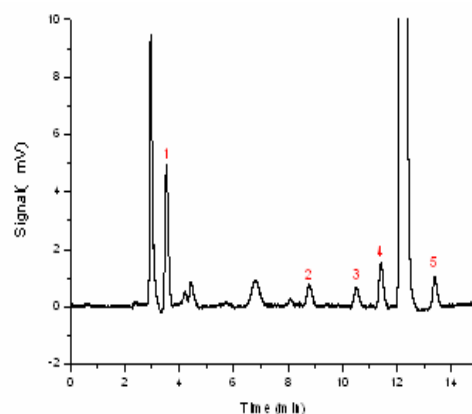
检测: LIFD

进样量: 10 μ L

柱温: 35 $^{\circ}$ C

1.对苯二胺, 2.苯胺, 3.联苯胺, 4.对甲苯胺, 5.对氯苯胺

仪器配置: P1201 梯度基本配置/P230 II 梯度基本配置



水质中 5 种生物胺分析实例

流动相 A: 乙腈

流动相 B: 20mmol/L 乙酸铵溶液

梯度: 0~5~10~15min, 流动相 B: 70%~25%~25%~70%

色谱柱: SinoChrom ODS-BP(5 μ m, 4.6mm \times 150mm)

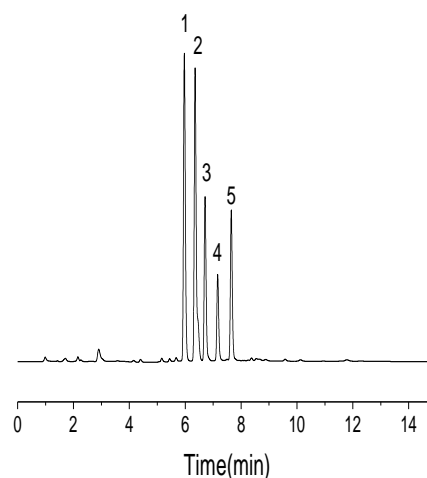
流速: 1mL/min

检测: UV254nm

进样量: 10 μ L

1.腐胺, 2.尸胺, 3.亚精胺, 4.精胺, 5.组胺

仪器配置: P1201 梯度基本配置/P230 II 梯度基本配置



水质中 16 种多环芳烃分析实例

流动相 A: 水, 流动相 B: 甲醇

0~15~45~50min, 流动相 B: 85%~85%~100%~100%

色谱柱: Hypersil ODS2(5 μ m, 4.6mm \times 250mm)

流速: 1mL/min

检测: UV254nm

进样量: 10 μ L

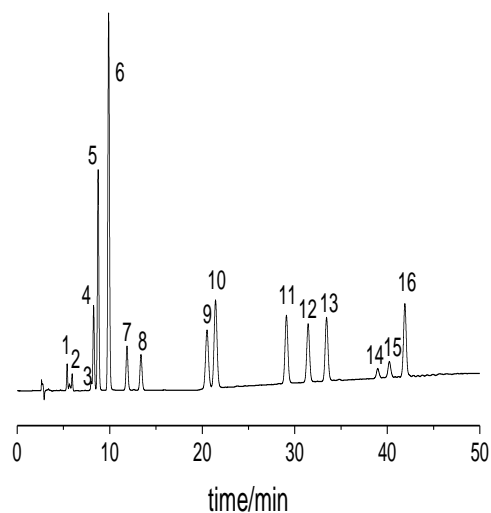
1. 萘, 2. 二氢萘, 3. 苊, 4. 芴, 5. 菲, 6. 蒽

7. 荧蒽, 8. 芘, 9. 苯并蒽, 10. 屈, 11. 苯并(b)荧蒽

12. 苯并(k)荧蒽, 13. 苯并(a)芘, 14. 二苯并(a,h)蒽

15. 茚并芘, 16. 苯并(ghi)芘

仪器配置: P1201 梯度基本配置/P230II 梯度基本配置



第二部分 样品制备方法

样品制备是 HPLC 分析中必不可少的一部分，它的目的是为了试使试样中干扰物质相对除净，不损害色谱柱，且能与将使用的 HPLC 相兼容。样品的制备开始于样品的采集，一直到样品注入 HPLC，其中包括很多步骤，详见表 1。

表 1 样品制备的步骤

步骤	描述
1.样品的收集	用符合统计学的程序获得有代表性的样品。
2.样品的储藏于保存	用适宜的惰性、密封容器；特别小心易挥发、不稳定或活性物质；生物样品可能需要冷冻。
3.样品的初加工	样品的形式必须适于有效的样品预处理(如干燥、过筛、碾细等)，细小的离散样品易于溶解或提取。
4.称重或定容稀释	有注意活性、不稳定或生物组分，稀释时用经校正的容器器皿。
5.其他样品加工方法	溶剂替换、除盐、蒸发、冷冻、干燥等。
6.除去微粒杂质	过滤、固相萃取、离心等。
7.样品的提取	详见下面讨论
8.衍生化	主要用于提高被测物的检测灵敏度，有时也用于改善分离。

常见的样品制备方法

【液体样品】

液液萃取(LLE)

LLE 是最普遍使用的萃取方法，可从干扰物中分离出被测物，通过被测物在两种不混溶的液体中的分配系数不同达到分离的目的。LLE 需要消耗大量的有毒有机溶剂，难于实现自动化。

表 2 LLE 存在的问题及解决方法

存在的问题	解决方法
发生乳化	在水相中加盐、加热或冷却萃取装置、用玻璃棉塞过滤、用相分离滤纸过滤、加少量不同的有机溶剂、离心
被测物牢固吸附于微粒上	改变 pH、增加离子强度、用极性更强的有机溶剂
被测物于大分子量的化合物结合	加入表面活性剂、有机溶剂、强酸、加水稀释、以结合更强的竞争试剂替代
两相彼此互溶	

固相萃取(SPE)

液体流过能选择性的捕集被测物(或干扰物)的固定相，捕集的被测物可用强溶剂洗脱出，有时，保留干扰物而允许被测物通过固定相不被保留。

SPE 是发展最快的一种样品制备和净化方法，目前已经和实现和色谱代连接和自动化操作。

表 3 SPE 的优缺点比较

优点	缺点
萃取被测物更彻底	SPE 萃取管的易变性
分离被测物与干扰物的效率更高	被测物在萃取管上的不可逆吸附
有机溶剂的消耗少	批与批效率不同影响分析的重复性
易于收集全部被测物	
一次可处理多个样品	
能除去微粒	
易于实现自动化	

稀释

用于 HPLC 流动相相容的溶剂稀释样品，避免色谱柱超载或使其浓度在检测器线性范围之内。

蒸发

在大气压下缓缓加热除去液体，可通过气流、惰性气体或真空辅助进行。蒸发勿过快，爆沸会损失样品。

微渗析

在两相水溶液之间置一片半透明，样品溶质依其浓度差，从一溶液转移至另一溶液中。

冷冻干燥

冷冻水溶液样品，真空下水分被升华除去。

凝胶过滤色谱

凝胶过滤色谱也成体积排阻色谱，已经成为从高分子量的基质中分离出低分子量化合物的标准方法，分离的基础是化合物分子的大小，也就是高分子量的化合物先流出，低分子量的化合物后流出。

【固体样品】

超声波萃取

超声波萃取是一种简单的萃取方法，通过采用合适的溶剂，达到选择性提取某些化合物的目的。超声波萃取使用的有机溶剂少，从而节约成本和减少废液处理的成本。

蒸馏

它利用液-固体系中各组分沸点不同，使低沸点组分蒸发，再冷凝以分离整个组分。它的优点在于不需要使用系统组分以外的其他溶剂，从而保证不会引入其他新的杂质；它只能从均质化的固体基体提取挥发性化合物。

【衍生化】

衍生化的方法使被测物与相应的试剂之间发生化学变化，以改变被测物的化学和物理性质。HPLC 中衍生化有 4 种主要用途：

- 1.改善被测物的检测
- 2.改变被测物的分子结构和极性，以利于色谱分析
- 3.改变基质，以利于色谱分析
- 4.改善被测物的不稳定性

选择衍生试剂时需要考虑的是：

- 1.衍生试剂必须稳定
- 2.衍生反应中，衍生试剂与生成的副产物应检测不到，否则必须与目标分析物分离开
- 3.目标分析物与衍生试剂的反应条件不能太苛刻
- 4.衍生试剂应尽量无毒
- 5.反应步骤应适于自动化

第三部分 食品中相关物质检测的仪器配置

表 1 P1201 型等度系统基本配置

序号	名称	数量
1	P1201 高压恒流泵	1 台
2	UV1201 紫外-可见波长检测器	1 台
3	Rheodyne 7725i 高压六通进样阀	1 支
4	SinoChrom ODS-BP(5 μ m, 4.6 \times 200mm)	1 支
5	EC2006 色谱数据处理工作站	1 套

表 2 P1201 型梯度系统基本配置

序号	名称	数量
1	P1201 高压恒流泵	2 台
2	UV1201 紫外-可见波长检测器	1 台
3	Rheodyne 7725i 高压六通进样阀	1 支
4	SinoChrom ODS-BP(5 μ m, 4.6 \times 200mm)	1 支
5	EC2006 色谱数据处理工作站	1 套
6	TD-1-15 梯度溶液混合器	1 个

表 3 P230 II 型等度系统基本配置

序号	名称	数量
1	P230 II 高压恒流泵	1 台
2	UV230 II 紫外-可见波长检测器	1 台
3	Rheodyne 7725i 高压六通进样阀	1 支
4	SinoChrom ODS-BP(5 μ m, 4.6 \times 200mm)	1 支
5	EC2006 色谱数据处理工作站	1 套

表 4 P230 II 型梯度系统基本配置

序号	名称	数量
1	P230 II 高压恒流泵	2 台
2	UV230 II 紫外-可见波长检测器	1 台
3	Rheodyne 7725i 高压六通进样阀	1 支
4	SinoChrom ODS-BP(5 μ m, 4.6 \times 200mm)	1 支
5	EC2006 色谱数据处理工作站	1 套
6	TD-1-15 梯度溶液混合器	1 个

说明：1.表 1~4 中标配的色谱柱可根据具体的测试项目更换相应的色谱柱。

2.表 1~4 中标配的检测器可根据具体的测试项目更换相应的检测器。

附录 1

大连依利特分析仪器有限公司简介

公司背景

大连依利特分析仪器有限公司前身是中国科学院大连化学物理研究所第四研究室(色谱室)亦即国家色谱研究分析中心的一个课题组。从 1988 年起,我们就肩负起将大连化学物理研究所在色谱领域近四十年的科研成果转化为生产力的重任,其研制的产品-高效液相色谱柱和高效液相色谱仪,一举打破了国外厂家的垄断地位,平抑了国外产品长达十几年的在中国市场上的高价格,使国内用户可以用较少的资金购买到性价比优的国产高科技产品。

技术实力

色谱分析行业国内最知名两名中科院院士-卢佩章、张玉奎院士均为大连依利特公司的创始人;其中,张玉奎院士至今仍担任公司董事。目前公司聚集了一大批开发、研制、生产和应用色谱仪的专家,具有较强的色谱理论基础和经验。并且创造出了中国首次商业化的液相产品五个第一。



发展历程与主要荣誉

时间	发展历程与主要荣誉
1993 年	大连依利特科学仪器有限公司成立
1993 年	P100 液相色谱仪获得 BCEIA 展览会金奖
1997 年	P200 II 高效液相色谱仪器投产
1998 年	获得 CMC 计量产品生产认证
2000 年 4 月	通过 ISO9001 质量管理体系认证
2000 年 5 月	通过国家“九五”攻关项目验收
2000 年 8 月	改制更名为大连依利特分析仪器有限公司
2001 年 11 月	获“十大知名色谱仪器品牌”称号
2003 年 1 月	全面推出 230 系列高效液相色谱仪
2003 年 3 月	P230 系列液相色谱仪器再次获得 BCEIA 展览会金奖
2004 年 3 月	“依利特”牌产品荣获首批“大连名牌”称号
2005 年 10 月	高新园区 4000 平米新生产基地落成
2007 年 4 月	LU230 低压四元梯度系统获自主创新金奖
2008 年 9 月	P1201 系列高效液相色谱仪上市
2008 年 11 月	国家火炬计划项目通过评审
2008 年 11 月	“辽宁大连依利特工程技术中心成立”
2008 年 12 月	通过四部门评审获得最新版高新技术企业资格
2009 年 4 月	LIFD230 激光诱导荧光检测器获自主创新金奖
2010 年 4 月	获“2009 最受关注十大国产仪器厂商”称号
2010 年 4 月	P1201 系列高效液相色谱仪被评为“最受关注十大国产仪器”
2010 年 10 月	“依利特”商标获得中国驰名商标殊荣
2011 年 4 月	P2000 高压恒流泵获自主创新银奖
2012 年 2 月	获得《国家火炬计划重点高新技术企业证书》和《高新技术企业证书》
2012 年 12 月	获得《“超高液相色谱仪”国家火炬计划项目证书》
2013 年 1 月	启动“多维生物色谱仪及液质联用关键部件的研制”项目
2013 年 5 月	“iChrom 5100 高效液相色谱仪”荣获自主创新金奖
2013 年 10 月	“iChrom 5100 高效液相色谱仪”荣获“2013 年第十五届 BCEIA 金奖”

服务体系

营销服务体系

除公司大连本部外，在上海、西安、济南、长沙、南京、厦门、北京等地客户较为集中的地区设立了办事处，已形成全国范围内的销售服务网络。

售后服务体系

公司于 2010 年 7 月成立客服中心。客服中心共分为 3 个部分：400 呼叫平台、安装维修组、应用实验室。

电话客服小组

电话客服小组为您解答售后仪器，耗材使用方面的问题，为您提供最佳解决方案。包括仪器的操作，维护，发生故障的解决方案，色谱柱的使用和维护，软件操作等。倾听您宝贵的意见与建议，以不断完善产品和服务作为我们努力的方向。

服务方式

400 电话

400-66-35483，最后五位由对应 ELITE（依利特英文商标）五个字母的电话按键组成。2010 年新增服务方式，工作日 8:00-17:00 之间任何时段提供服务。

固定电话

0411-84732384,84732442，沿用至今的服务方式，工作日 8:00-17:00 之间任何时段提供服务。

服务手机

13998658129，休息日及工作时间以外任何时段提供服务。

电子邮箱

service@elitehplc.com

QQ.MSN 在线

工作日 8:00-17:00 之间任何时段提供服务。

传真

0411—84732460，任何时段自动接受传真

安装维修小组

安装维修小组正式成立于 2009 年 1 月，是由各级代理及公司总部人员共同组建的一个团体。安装维修小组主要负责全国各地仪器安装、维修、维护及培训，通过不断成长，发扬公司“服务更优”的优良传统，现今已发展成为结合安装与售后服务为一体的服务型团队。

服务内容

客户仪器安装及使用操作培训；

客户仪器维修及保养；

客户现场样品实验分析处理；

客户疑难问题上门服务。

附录 2

大连依利特有限公司产品介绍

P1201 高效液相色谱仪

● P1201高压恒流泵

- 流量范围：0.001~9.999mL/min(设定步长0.001mL/min)
- 流量准确度： $\leq \pm 0.2\%$ (1.0mL/min, 8.5MPa, 水, 室温)
- 流量稳定性： $\leq 0.075\%$ (1.0mL/min, 8.5MPa, 水, 室温)
- 最高工作压力：42.0MPa(0.001mL/min~5.000mL/min)

20.0MPa(5.001mL/min~9.999mL/min)

可设定上下限，可自动报警

- 显示压力误差： $\leq \pm 3\%$ 或0.5MPa
- 压力脉动：1%
- 柱塞密封清洗：在线(选配件)



● UV1201紫外-可见检测器

- 线性范围： $\geq 1.8\text{AU}(5\%)$
- 波长范围：190nm~700nm
- 波长重复性： $\pm 0.1\text{nm}$
- 波长准确性： $\pm 1.0\text{nm}$
- 谱带宽度：8nm
- 响应时间：0.0s~4.9s
- 基线噪声： $\leq \pm 0.5 \times 10^{-5}\text{AU}$ (空池、254nm、1.0s)
- 基线漂移： $\leq 1 \times 10^{-4}$ (空池、254nm、稳定60min)
- 最小检测浓度： $4 \times 10^{-9}\text{g/mL}$ (萘的甲醇溶液)
- 光谱扫描：有
- 时间波长程序：有



P230 II 高效液相色谱仪

● P230 II 高压恒流泵

- 流量范围：0.001~9.999mL/min(设定步长0.001mL/min)
- 流量准确度： $\leq \pm 0.3\%$ (1.0mL/min, 8.5MPa, 水, 室温)
- 流量稳定性： $\leq 0.1\%$ (1.0mL/min, 8.5MPa, 水, 室温)
- 最高工作压力：42.0MPa(0.001mL/min~5.000mL/min)

20.0MPa(5.001mL/min~9.999 mL/min)

可设定上下限，可自动报警

- 显示压力误差： $\leq \pm 3\%$ 或0.5MPa
- 压力脉动：1%



● UV230 II 紫外-可见检测器

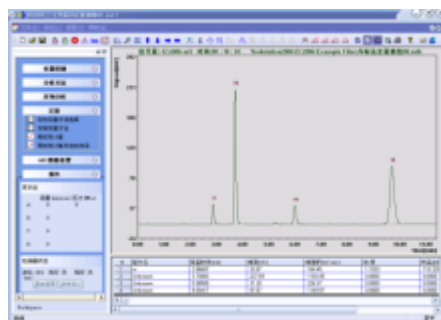
- 线性范围： $\geq 1.5\text{AU}(5\%)$
- 波长范围：190nm~700nm
- 波长重复性：1nm
- 波长准确性： $\leq \pm 1.0\text{nm}$
- 谱带宽度：8nm
- 响应时间：0.0s~4.9s
- 基线噪声： $\leq \pm 1.0 \times 10^{-5}\text{AU}$ (空池、254nm、1.0s)
- 基线漂移： $\leq 1.0 \times 10^{-4}$ (空池、254nm、稳定60min)
- 最小检测浓度： $4 \times 10^{-9}\text{g/mL}$ (萘的甲醇溶液)
- 光谱扫描：有
- 时间波长程序：有



● EC2006数据色谱处理工作站

EC2006 软件基于 Windows98/2000/XP 操作平台, 采用了最新的软件设计技术(O-O 技术), 32 位完全独立的应用程序, 硬件部分采用最新 24 位 A/D 芯片、16 位单片机, 通过 RS232、RS485 或 USB 数据通讯接口, 可实现对高效液相色谱仪系统的实时回馈与控制。

- 24 位数据采集存储模式
- 独创的分析自动化程序设计
- 实现远程数据采集, 本地处理
- 独特的积分事件和定量计算功能
- AIA 标准数据输入输出格式(*.CDF)
- 谱图自动积分处理
- 用户自定义打印报告模板
- 计算机全面控制及实时状态回馈其他可选配件



● LU230 II 四元低压梯度单元

LU230 II 四元低压梯度单元是专为单泵液相色谱系统升级为四元低压梯度系统而专门设计的。通过电磁阀控制流量, 使用低压梯度单元您可以进行2~4种溶剂的混合和脱气(内置真空脱气机), 从而进行梯度液相色谱分析。

- 流量范围: 0.01mL/min-9.99mL/min
- 梯度组成比例范围: 0.1%~100.0%, 步长0.1%
- 梯度准确度: $\leq \pm 3\%$
- 梯度曲线: 线性、台阶、凹形和凸形曲线等



● DAD230⁺二极管阵列检测器

与传统的紫外检测器不同, 二极管阵列检测器的光学系统是由光源发出的光聚焦后首先通过检测池, 然后由分光光栅进行分光, 最后由光检测组件进行检测。

采用了光纤传导技术和全封闭光路结构来替代传统的DAD光学系统, 无需任何机械装置调节和改变波长, 极大地提高了波长的准确性和重复性; 新型的电子和光学设计、氙灯和钨灯组合, 使其在检测波长范围内具有很高的灵敏度和可靠性。

- 波长范围: 199nm~618nm (512阵列)
190nm~1020nm (1024阵列)
- 光源: 氙灯+钨灯
- 阵列数: 512/1024

- 阵列分辨率：0.8nm
- 光谱分辨率：1.2nm
- 波长准确性： $\pm 0.5\text{nm}$
- 波长重复性： $\pm 0.1\text{nm}$
- 响应时间：0.0s~9.9s
- 线性范围： $\geq 1.5\text{AU}$ （5%）
- 基线噪声： $\leq \pm 2.0 \times 10^{-5}\text{AU}$
- 基线漂移： $\leq 1 \times 10^{-3}\text{AU/h}$



● RI-201H示差折光检测器

折射率范围宽、噪声小、运行稳定。

具有内部泄漏报警功能

- 基线噪声： $2.5 \times 10^{-9}\text{RIU}$ （响应时间：1.5s）
- 基线漂移： $2 \times 10^{-7}\text{RIU/h}$
- 折光率范围：1.00~1.75
- 测量范围：0.25~512 μRIU
- 零点调节：光学电自动归零
- 漂移调节范围： $0 \sim 1 \times 10^{-5}\text{RIU}$
- 漂移分辨能力： $5 \times 10^{-8}\text{RIU}$
- 响应时间：0.1, 0.25, 0.5, 1.0, 1.5, 2, 3, 6秒
- 积分仪输出： $0 \sim 1\text{V/FS}$ （灵敏度： $2\text{mV}/\mu\text{RIU}$, $8\text{mV}/\mu\text{RIU}$ ）
- 记录仪输出： $0 \sim 10\text{mV/FS}$
- 检测池温控范围： $30 \sim 55^\circ\text{C}$
- 液体接触材质：SS316不锈钢、特氟隆、石英玻璃



● Chromachem蒸发光散射检测器

- 通用型检测器
- 变量少于示差、紫外检测器，灵敏度更高
- 更低的蒸发温度利于检测半挥发性和热敏感性物质
- 适用于 HPLC 梯度洗脱
- 基线稳定-对温度和流速变化不敏感
- 可灵敏检测弱发色团化合物



● LIFD激光诱导荧光检测器

激光诱导荧光检测器(LIFD)是目前用于检测化学及生物样品的最灵敏检测器之一, 广泛用于高效液相色谱(HPLC)、微柱液相色谱(Micro-LC)及毛细管电泳(CE)等分离领域。特别是在超痕量生物活性物质的单分子检测, 测定生物样品中的超痕量活性物质和环境污染物等方面应用广泛。

- 相对荧光单位: 0~1000RFU
- 动态线性范围: $>10^4$
- 灵敏度: $>10^{-12}$ mol FITC/L
- 基线噪声: <0.005 RFU
- 基线漂移: <0.2 RFU/h
- 激发光波长: 473nm
- 发射光中心波长: 525(510~540)nm
- 激光类型: 10mWDPSS激光473nm



● AS1201自动进样器

自动进样系统, 标准模式下最多可以进120个不同的样品, 它可以作为一个独立系统独自使用, 也可以组成个由计算机控制的系统联合使用; 温度控制功能对温度敏感的样品, 可实现样品腔的冷却或加热过程; 样品避光保存; 具有抗交叉污染功能。

- 样品瓶数: 两组60位2.0mL样品瓶
- 线性: >0.999
- 样品残留: $<0.01\%$
- 进行阀切换时间: <100 ms
- 进样针定位精度: <0.3 mm
- 进样针清洗方式: 内径、外壁清洗(无次数限制清洗)
- 运动方式: X、Y、Z 三维坐标式
- 重复进样次数: 无限制
- pH 范围: 2~11



● ZWII色谱柱恒温箱

智能化的 PID 自整定、高亮度数字双模显示、工作站程序控温及状态实时显示、超温报警、断电保护。

- 温控范围：室温+5℃~160℃
- 恒温准确性：0.1℃
- 恒温精度：≤±0.1℃
- 温度设定分辨率：0.1℃
- 温度的显示：显示器的上行4位数字显示实际温度，下行4位数字显示设定温度



● RO1201溶剂管理器

RO1201 溶剂管理器集多种功能于一体，它完美的集成了在线脱气机、溶剂瓶托盘及高性能液相色谱专用溶剂瓶。在进一步确保实验数据准确性、可靠性的同时，优化管路连接，方便您对溶剂的维护管理。

- 积木式模块化设计，维护方便，最多可以扩充至 5 元溶剂的管理
- 内置专业化生产的在线真空脱气机，配杜邦公司 Teflon® AF 材质半透膜脱气通道，快速平衡系统，方便溶剂更换
- 集成的溶剂托盘设计，优化管路连接
- Schott DURAN 高性能玻璃溶剂瓶为标准流动相储液瓶配置



● SinoChrom高效液相色谱柱

我司拥有20年的色谱柱生产经验,其产品国内销量约占同类产品销量的半数以上,并出口美国、印度、东盟、台湾等国家或地区,在国内外具有举足轻重的影响。

本公司除生产SinoChrom品牌色谱柱外,还与世界上许多著名的色谱填料及色谱柱生产厂家有着长期的良好

合作关系,可以满足不同领域的广大色谱工作者对质优价廉的液相色谱柱的需要。

本公司还建立了各种设施都十分完善的应用实验室,由其中多名专业人士负责为用户解决色谱柱在实际使用过程中遇到的各种疑难问题,使用户消除了很多烦恼。几年来,经过我们不断的努力,在用户中树立了良好的服务形象。



大连依利特分析仪器有限公司

www.eliteHPLC.com

公司地址：高新园区七贤岭学子街 2-2 号
公司电话：0411-84753333(总机)-转销售部
公司传真：0411-84732323
公司邮箱：info@eliteHPLC.com

济南联络处

地址：济南市历城区七里河路锦绣泉城小区 8 号楼 1 单元 1603 室
电话：0531-88908426
传真：0531-88908426

上海办事处

地址：徐汇区梅陇路 130 号华东理工大学实验四楼 204 室
电话：021-64233161
传真：021-64233161

长沙办事处

地址：长沙市开福区三一大道与车站北路交汇处，华府一航线 2313 房间
电话：0731-85151735
传真：0731-85151735

南京联络处

地址：南京市白下区中华路 8 号银达雅居二单元 706 室
电话：025-52335896
传真：025-52335896

厦门联络处

地址：厦门市思明区东坪山路东坪三里 83 号 903 室
电话：0592-2573242
传真：0592-2573242

西安办事处

地址：西安市西稍门十字西南角柠檬宫舍 11505 室
电话：029-68549401、029-68549402
传真：029-84357542

北京办事处

地址：北京市朝阳区汤立路 201 号东亚奥北中心南区 4 号楼 2 单元 2307 室
电话：010-64127970
传真：010-64127970