

# SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3929—2014

---

## 出口食品中 L-羟脯氨酸的测定 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of L-hydroxyproline in foodstuffs for export—  
LC-MS/MS method

2014-04-09 发布

2014-11-01 实施

---

中华人民共和国  
国家质量监督检验检疫总局 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利,本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位:中国检验检疫科学研究院、中华人民共和国上海出入境检验检疫局、中华人民共和国北京出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:彭涛、邓晓军、朱爱玲、赵善贞、李晓娟、王金花、范春林、陈颖。

# 出口食品中 L-羟脯氨酸的测定

## 液相色谱-质谱/质谱法

### 1 范围

本标准规定了出口食品中 L-羟脯氨酸的制样和液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准适用于液态奶、奶粉、黄油、酸奶、奶油、奶酪、巧克力、奶饮料等乳及乳制品，蛋白粉等植物源性食品中 L-羟脯氨酸的液相色谱-质谱/质谱测定。

### 2 方法提要

试样用浓盐酸在高温下水解，用水稀释后冷冻干燥，乙腈复溶提取，经石墨化碳和正己烷净化后，采用液相色谱-质谱/质谱测定，内标法定量。

### 3 试剂和材料

除非另有规定，均使用分析纯试剂，水为去离子水。

- 3.1 乙腈：液相色谱级。
- 3.2 甲酸：液相色谱级。
- 3.3 甲酸铵：液相色谱级。
- 3.4 正己烷：液相色谱级。
- 3.5 盐酸：分析纯，浓度为 12 mol/L。
- 3.6 乙腈饱和正己烷：取 100 mL 正己烷(3.4)，加入 50 mL 乙腈(3.1)，振摇混匀后，静置分层，上层液备用。
- 3.7 6 mol/L 盐酸溶液：取 50 mL 盐酸(3.5)于 100 mL 容量瓶，用水定容至 100 mL，备用。
- 3.8 流动相 A：精确称取 0.158 g 甲酸铵(3.3)于 400 mL 水中，加入 1 mL 甲酸(3.2)，用水定容至 500 mL，备用。
- 3.9 流动相 B：准确量取流动相 A(3.8)25 mL，加入乙腈 475 mL 混匀，备用。
- 3.10 标准物质：L-羟脯氨酸(L-Hydroxyproline, CAS 号:51-35-4, 纯度大于 99%)；3,4-脱氢-脯氨酸(3,4-Didehydro-L-proline, CAS 号:4043-88-3, 纯度大于 99%)。
- 3.11 标准储备溶液：精确称取 L-羟脯氨酸(3.10)10 mg(精确到 0.01 mg)，用水溶解并定容于 10 mL 棕色容量瓶中，配制成浓度为 1.0 mg/mL 的标准储备溶液。0℃~4℃避光保存。
- 3.12 内标储备溶液：精确称取 3,4-脱氢-脯氨酸的标准物质(3.10)10 mg(精确到 0.01 mg)，用水溶解并定容于 10 mL 棕色容量瓶中，配制成浓度为 1.0 mg/mL 的内标储备溶液。0℃~4℃避光保存。
- 3.13 标准中间溶液：精确量取标准储备溶液(3.11)1 mL，用水稀释并定容于 10 mL 棕色容量瓶中，配制成浓度为 100 μg/mL 的标准中间溶液。0℃~4℃避光保存。
- 3.14 内标溶液：精确量取内标储备溶液(3.12)1 mL，用水稀释并定容于 10 mL 棕色容量瓶中，配制成浓度为 100 μg/mL 的内标溶液。0℃~4℃避光保存。
- 3.15 海砂：化学纯，粒度 0.65 mm~0.85 mm，SiO<sub>2</sub> 含量为 99%。
- 3.16 石墨化碳：SampliQ carbon SPE Bulk Sorbent，或相当者。