

测试报告

样品信息			
样品名称	TPF-T(乳剂) FreSubin Powder Fibre(粉剂)	编号	W20200901-002
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2020/09/01	测试期间	2020/09/23-10/10
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	维生素 B6		
参考标准			
参考标准	GB5009.154-2016 食品中维生素 B6 的测定（第一法）	标样	有
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱仪	仪器型号	岛津 LC-20AD

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Ultimate® AQ C18 (4.6×150mm, 5µm)		
流动相:	时间 (min)	流动相 A (%)	甲醇 (%)
	0	100	0
	20	100	0
	30	65	35
	45	62	38
	46	50	50
	50	50	50
	51	100	0
	75	100	0
检测波长:	激发波长: 293nm 发射波长: 395nm		
柱温:	30°C		
流速:	1.0ml/min		
进样量:	10µL		
注意事项:	/		



● **流动相配置：**

流动相 A：取甲醇 50ml，辛酸磺酸钠 2.0g，三乙胺 2.5ml，用水溶解并定容至 1000ml 后，用冰醋酸调节 pH 值至 3.0，混匀抽滤，即得；

流动相 B：取色谱纯甲醇，即得。

● **样品溶液的配置：**

1.混标溶液：取客户提供的吡哆醛、吡哆醇、吡哆胺储备液各 100 μ l，至同一 5ml 量瓶中，用 0.1mol/L 盐酸稀释并定容到刻度，摇匀，即得。

2.固体样品溶液：称取粉剂约 5g，于 150ml 锥形瓶中，加入约 25ml 45 $^{\circ}$ C-50 $^{\circ}$ C 的水，混匀，加入约 0.5g 淀粉酶，混匀后向锥形瓶中充氮，盖上瓶塞，至 55 $^{\circ}$ C 水浴锅中放置 30min，取出冷却至室温。用盐酸溶液调节上述式样溶液的 pH 至 1.7，放置约 1min，再用氢氧化钠溶液调节式样溶液的 pH 至 4.5。超声振摇 10min，将式样转移至 50ml 容量瓶中，用水冲洗锥形瓶。合并洗液至容量瓶中，用水定容至 50ml，摇匀。先用滤纸过滤，再将滤液经 0.45 μ m 微孔滤膜过滤，作为固体样品溶液。

3.固体样品加标溶液：取固体样品溶液，加适量混标溶液，作为加标溶液。

4.液体样品溶液：称取乳剂约 20g，于 150ml 锥形瓶中，加入约 0.5g 淀粉酶，混匀后向锥形瓶中充氮，盖上瓶塞，至 55 $^{\circ}$ C 水浴锅中放置 30min，取出冷却至室温。用盐酸溶液调节上述式样溶液的 pH 至 1.7，放置约 1min，再用氢氧化钠溶液调节式样溶液的 pH 至 4.5。超声振摇 10min，将式样转移至 50ml 容量瓶中，用水冲洗锥形瓶。合并洗液至容量瓶中，用水定容至 50ml，摇匀。先用滤纸过滤，再将滤液经 0.45 μ m 微孔滤膜过滤，作为固体样品溶液。

5. 液体样品加标溶液：取液体样品溶液，加适量混标溶液，作为加标溶液。

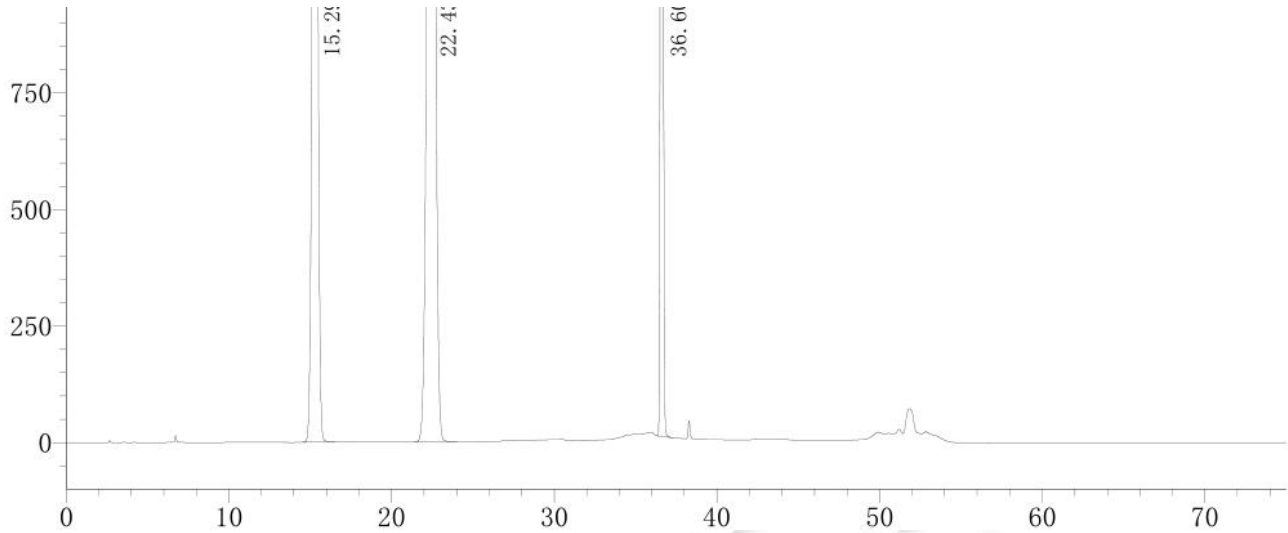
6.空白溶剂：娃哈哈水。



● 谱图和数据

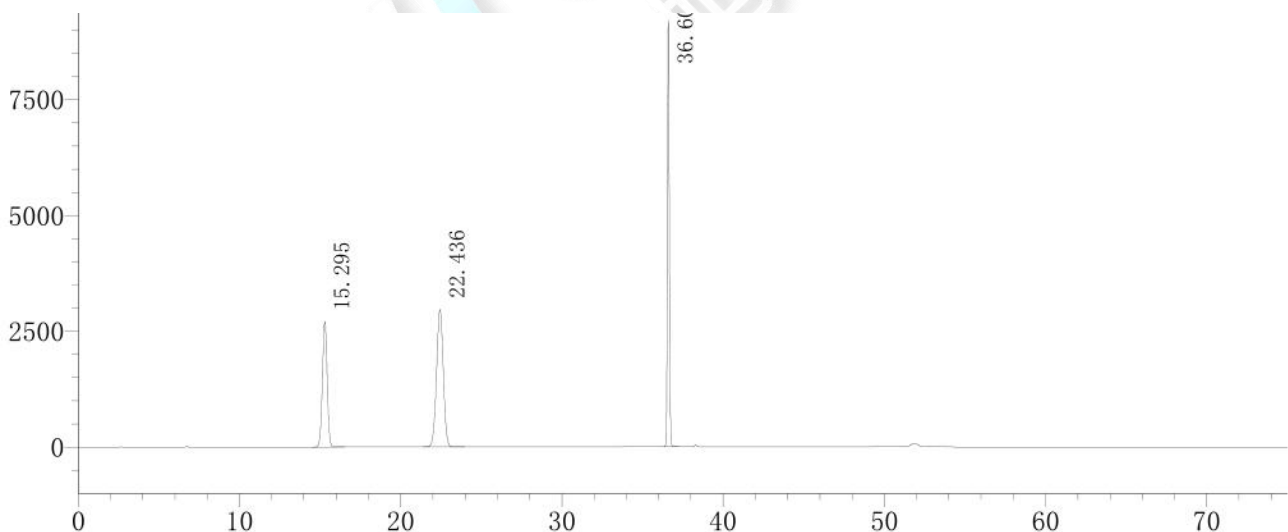
1.混标溶液

1.1 混标溶液-放大图



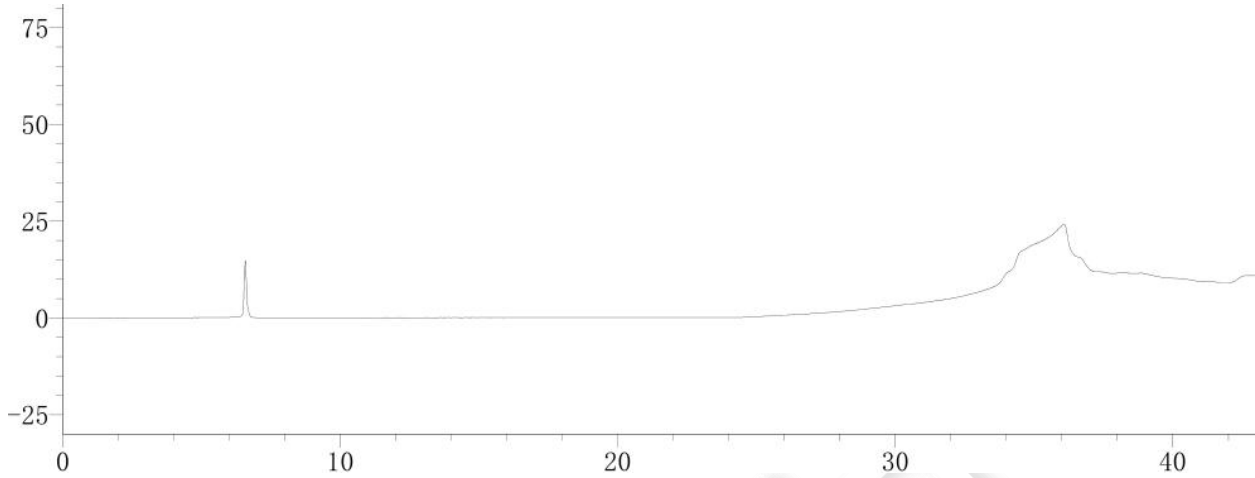
峰号	保留时间	化合物名	面积	高度	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	15.295	吡哆醛	55641163	2708855	12581	0.999	--
2	22.436	吡哆醇	87149062	2970285	13341	0.996	10.801
3	36.602	吡哆胺	73230997	9202969	445781	1.087	28.438
总计			216021223	14882108			

1.2 混标溶液-满量程图



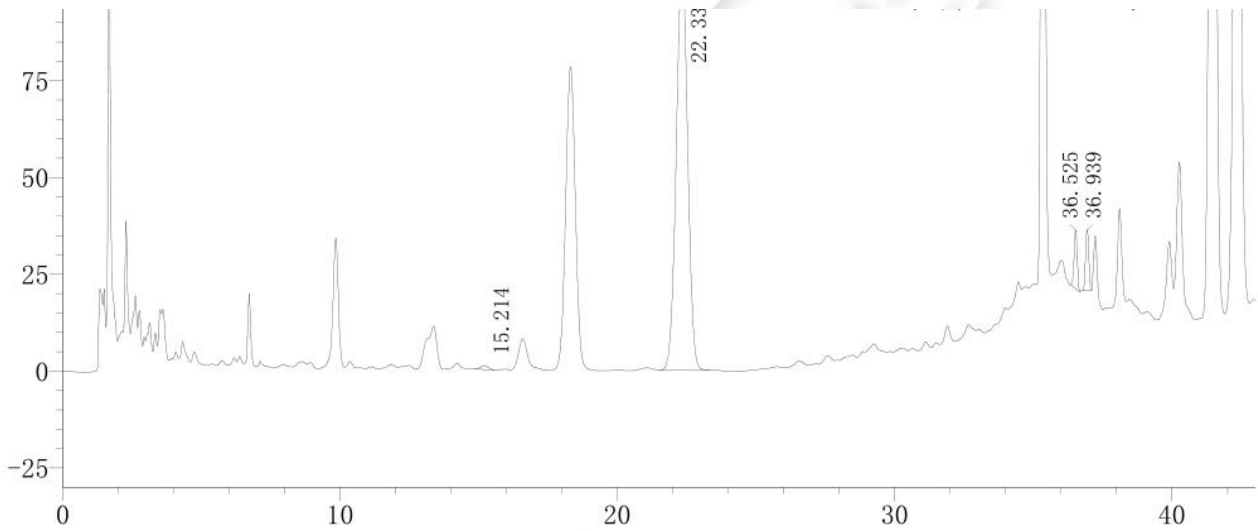
2.空白溶剂

2.1 空白溶剂



3.固体样品溶液

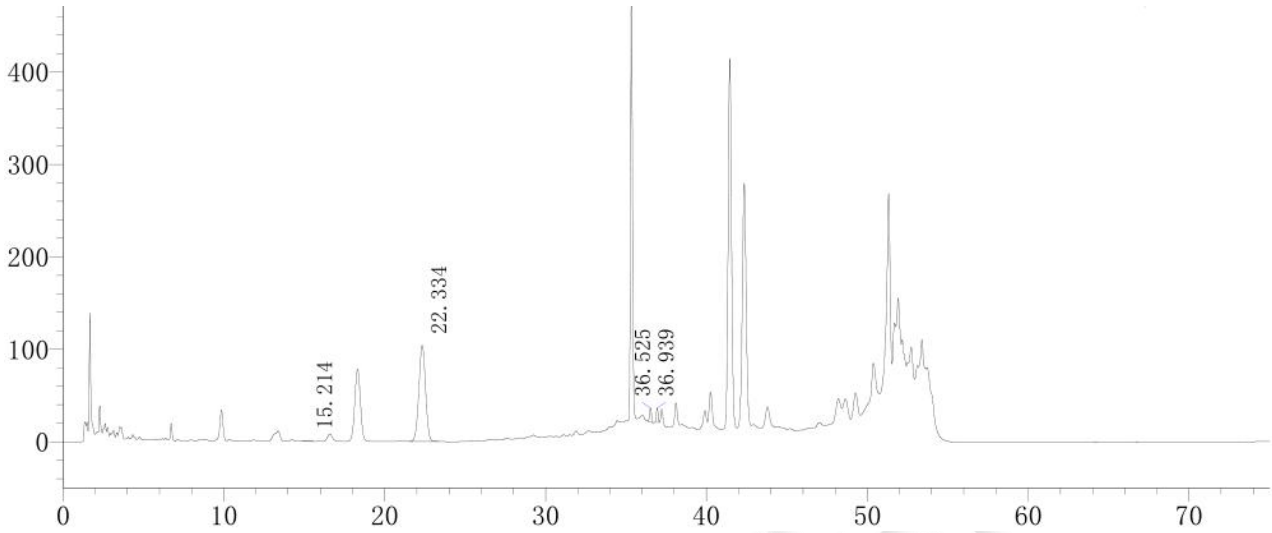
3.1 固体样品溶液-放大图



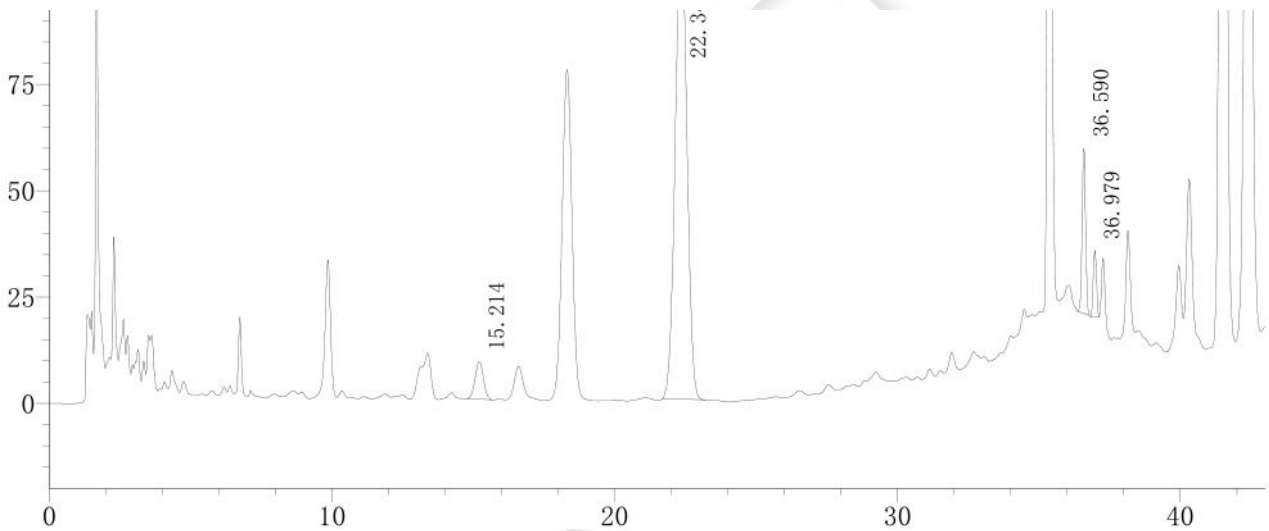
峰号	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	15.214	19876	1015	12498	0.986	--
2	22.334	2994734	103996	13643	0.998	10.878
3	36.525	120167	15138	429999	0.951	28.736
4	36.939	125992	15721	424749	1.005	1.844
总计		3260769	135870			



3.2 固体样品溶液-满量程图



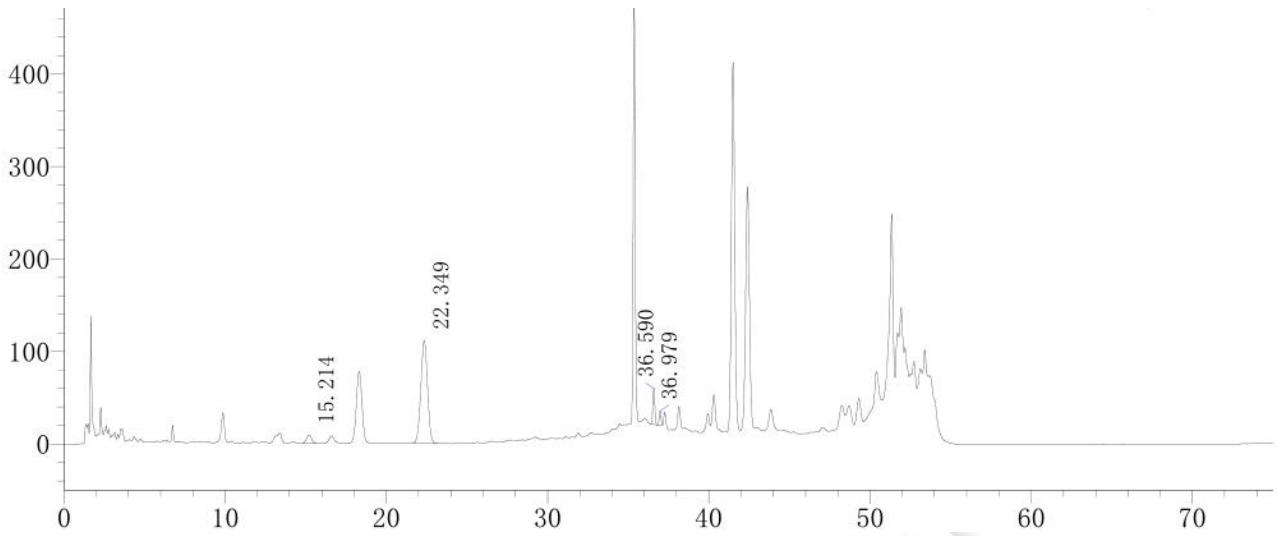
3.3 固体样品加标溶液-放大图



峰号	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	15.214	181180	8825	12090	0.998	--
2	22.349	3182608	110692	13585	1.001	10.807
3	36.590	330201	38812	387780	0.996	28.426
4	36.979	125327	15619	426605	1.011	1.687
总计		3819316	173949			

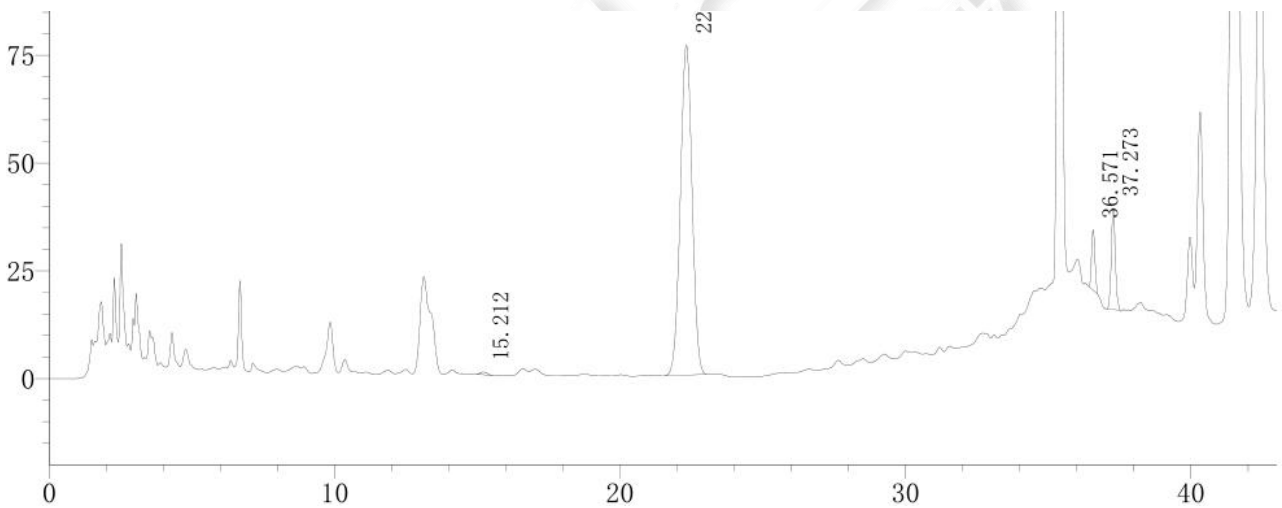


3.4. 固体样品加标溶液-满量程图



4.液体样品溶液

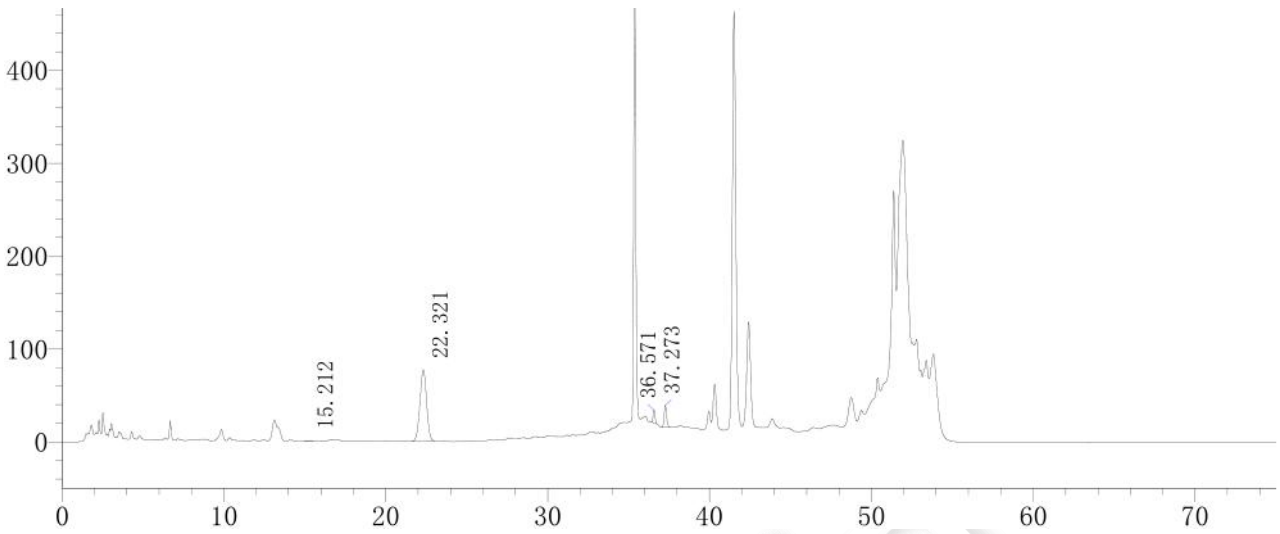
4.1 液体样品溶液-放大图



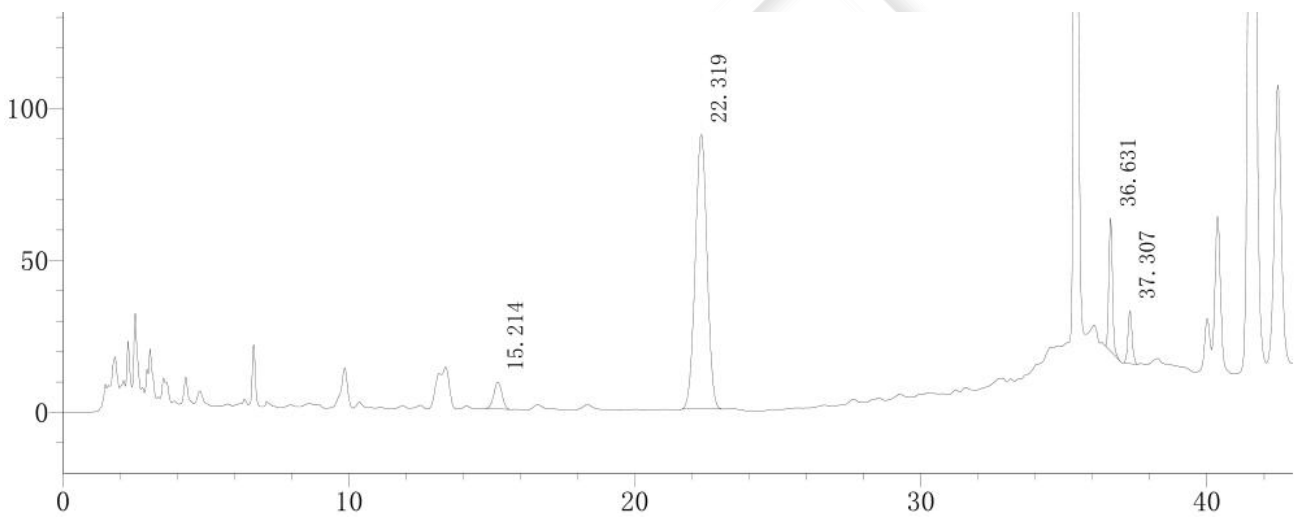
峰号	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	15.212	10279	616	17866	1.108	--
2	22.321	2189851	76500	13721	0.995	11.679
3	36.571	116636	14006	391411	1.081	28.614
4	37.273	234563	23584	307575	1.104	2.796
总计		2551329	114706			



4.2 液体样品溶液-满量程图



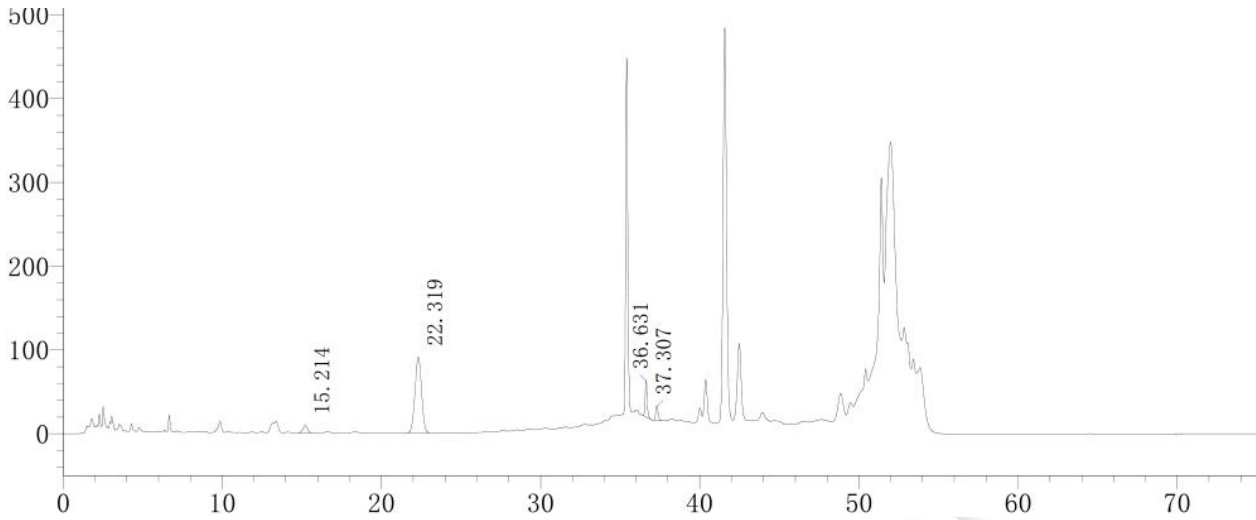
4.3 液体样品加标溶液-放大图



峰号	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	15.214	172828	8784	13096	0.989	--
2	22.319	2585740	90303	13668	1.000	10.969
3	36.631	380953	43624	379658	1.106	28.583
4	37.307	177913	17402	292905	1.109	2.634
总计		3317433	160112			



4.3 液体样品加标溶液-满量程图



● 结论

用月旭 Ultimate®AQ-C18 (4.6×150mm, 5μm), 在此色谱条件下测定, 能满足检测的要求。

报告签字

测试: 李向珍

日期: 2020/10/12

审核: 吴小梅

日期: 2020/10/12

