

## 测试报告

样品信息			
样品名称	奶粉	项目编号	20231221-1218
样品批号	/	样品性状	固体
收样日期	2023/12/25	测试期间	2023/01/11-01/19
标样信息			
名称	规格	数量	
烟酸	1 mg/mL	1	
烟酰胺	1 mg/mL	1	
吡哆醛	1 mg/mL	1	
吡哆醇	1 mg/mL	1	
吡哆胺	1 mg/mL	1	
实验要求			
使用紫外和荧光检测器联用同时检测烟酸烟酰胺和维生素 B6			
参考方法			
GB5009.89-2023 和 GB5009.154-2023			
试剂信息			
试剂名称	级别	品牌	
辛烷磺酸钠	AR 级	阿拉丁	
三乙胺	AR 级	阿拉丁	
冰醋酸	AR 级	阿拉丁	
甲醇	HPLC 级	月旭科技	
仪器信息			
仪器厂家		仪器型号	
安捷伦		1260 Infinity II	

## 1. 试验过程

## 1.1. 色谱条件

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969

第 1 页 共 9 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500



色谱柱：	Ultimate plus-C18（4.6×250 mm, 5 μm）
流动相：	2 g/L 辛烷磺酸钠溶液（含三乙胺和冰醋酸，pH3.0）：甲醇（85：15）
流速：	1 mL/min
进样量：	20 μL
柱温：	30 °C
检测器：	紫外检测器和荧光检测器
检测波长：	紫外：214 nm 荧光：激发 293 nm 发射 395 nm
洗脱程序	等度洗脱
注意事项	/

## 1.2. 溶液配制

### 1.2.1. 流动相配制

称 2.0 g 辛烷磺酸钠，加入 900 mL 超纯水溶解，加入 3 mL 三乙胺，用冰醋酸调整 pH 至 3.0，用超纯水定容至 1 L，抽滤即得流动相 A；取纯甲醇为流动相 B；在线按流动相 A：B（85:15）比例混合；

### 1.2.2. 奶粉样品配制

称 5 g 奶粉于锥形瓶，加入 25 mL 的 50°C 水溶解，混匀，静置 10 min，冷却至室温。用 5 M 的 HCl 和 0.1 M 的盐酸调整 pH 至 1.7，放置 2 min；用 5 M 的 NaOH 和 0.1 M 的 NaOH 调整 pH 至 4.5。于 50 °C 超声 10 min。样品转移至 50 mL 容量瓶，锥形瓶用超纯水清洗多次合并至容量瓶，并定容至 50 mL。滤纸过滤。滤液再过 0.45 μm 滤膜即得。

### 1.2.3. 混合标样溶液配制

取 1 mg/mL 的烟酸和烟酰胺各 100 μL，分别加入 900 μL 的超纯水稀释，即得 100 μg/mL 的烟酸和烟酰胺；

取 1 mg/mL 的吡哆醛、吡哆醇和吡哆胺各 10 μL，分别加入 990 μL 的 0.1M 的盐酸稀释，即得 10 μg/mL 的吡哆醛、吡哆醇和吡哆胺；

取得 100 μg/mL 的烟酸和烟酰胺、10 μg/mL 的吡哆醛、吡哆醇和吡哆胺各 100 μL，加入 500 μL 的超纯水即得含 10 μg/mL 的烟酸烟酰胺和 1 μg/mL 的吡哆醛吡哆醇和吡哆胺的混标样品；

### 1.2.4. 烟酸溶液配制

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969



取 100  $\mu\text{L}$  的 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$  烟酸，加入 900  $\mu\text{L}$  超纯水即得

#### 1.2.5. 烟酰胺溶液配制

取 100  $\mu\text{L}$  的 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$  烟酰胺，加入 900  $\mu\text{L}$  超纯水即得

#### 1.2.6. 吡哆醛溶液配制

取 100  $\mu\text{L}$  的 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$  吡哆醛，加入 900  $\mu\text{L}$  超纯水即得

#### 1.2.7. 吡哆醇溶液配制

取 100  $\mu\text{L}$  的 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$  吡哆醇，加入 900  $\mu\text{L}$  超纯水即得

#### 1.2.8. 吡哆胺溶液配制

取 100  $\mu\text{L}$  的 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$  吡哆胺，加入 900  $\mu\text{L}$  超纯水即得

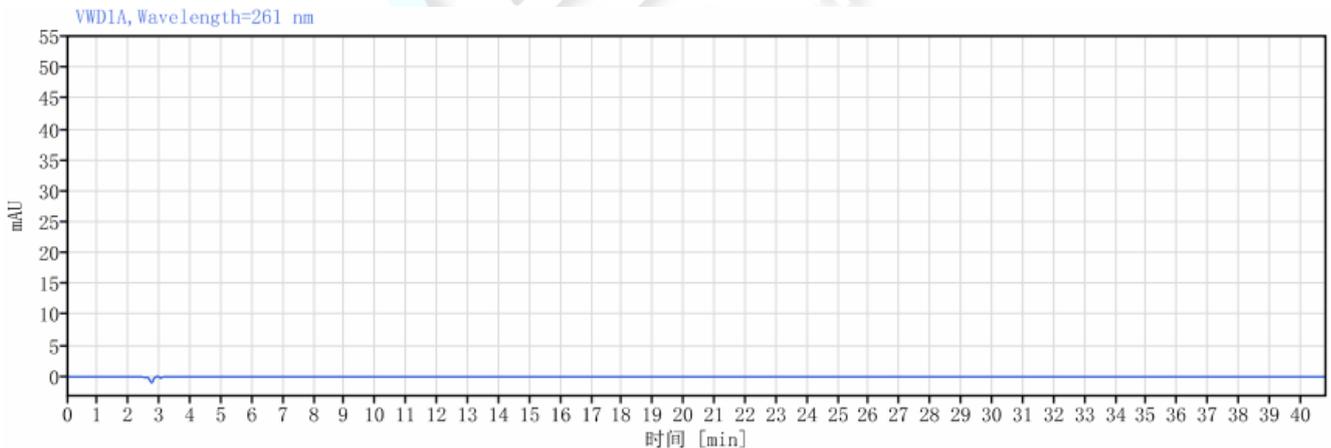
#### 1.2.9. 空白溶液配制

取超纯水为空白溶液

## 2. 谱图和数据

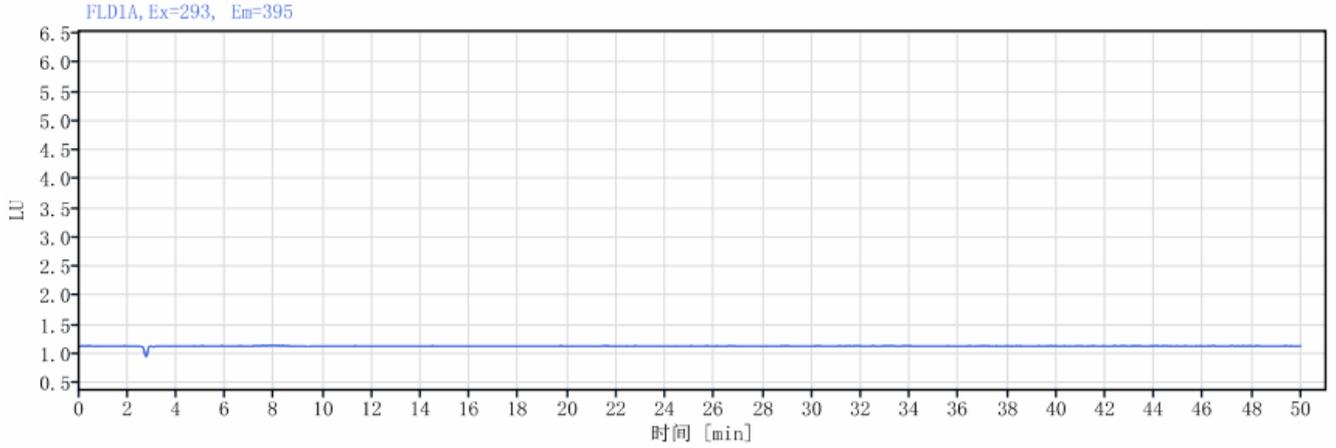
### (1) 空白检测图谱

紫外谱图：



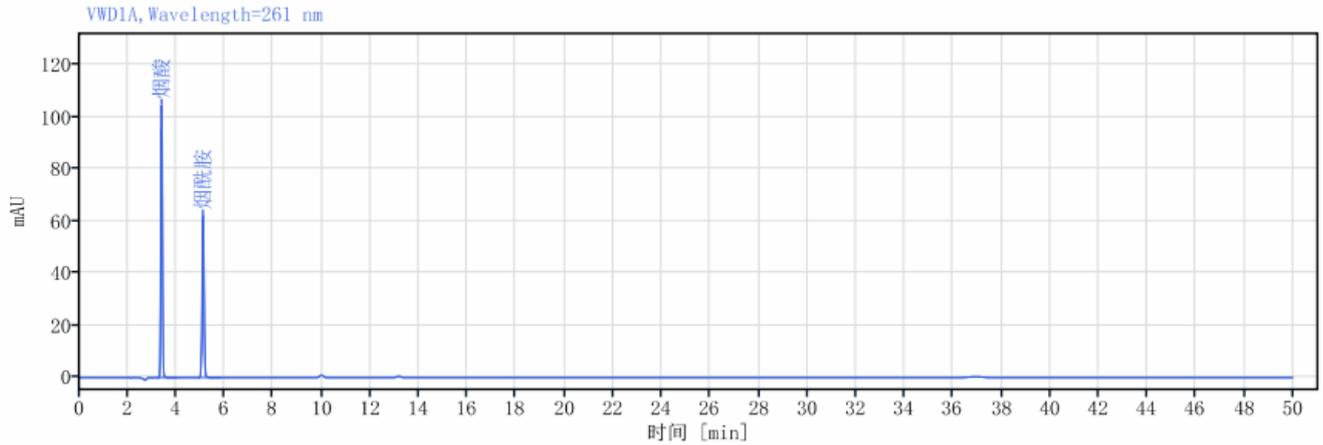
荧光谱图：





(2) 混标样品检测图谱

紫外谱图：



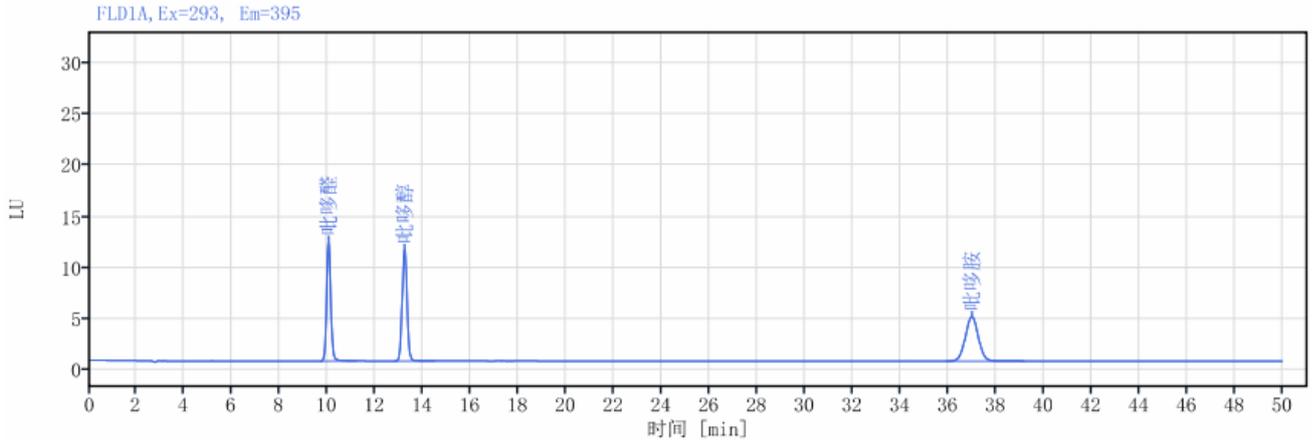
信号：

VWD1A, Wavelength=261 nm

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP
烟酸	3.406	424.18	55.19	104.90		1.02789	16524.49917
烟酰胺	5.112	344.38	44.81	62.30	13.56698	1.05851	19850.34907
<b>总和</b>		<b>768.56</b>					

荧光谱图：



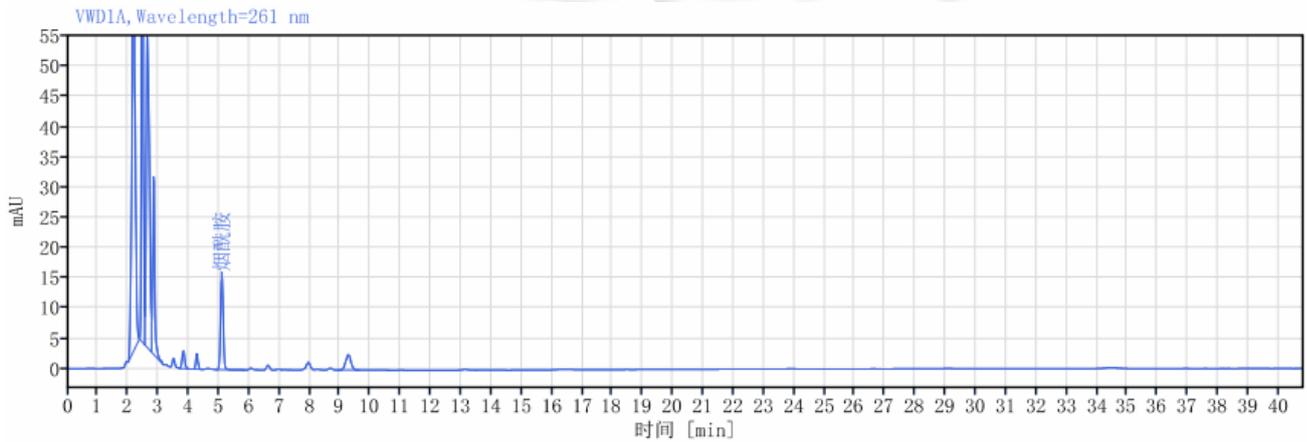


信号： FLD1A, Ex=293, Em=395

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP
吡哆醛	10.033	145.43	31.18	11.77		1.10336	15834.99001
吡哆醇	13.217	156.34	33.52	10.97	9.17675	1.01693	19740.34935
吡哆胺	36.979	164.70	35.31	4.34	34.44971	1.01870	21745.86340
<b>总和</b>		<b>466.47</b>					

(3) 样品溶液检测图谱

紫外谱图：



信号： VWD1A, Wavelength=261 nm

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP
	2.172	621.88	37.64	120.08		1.05464	7494.77644
	2.468	355.94	21.54	91.78	2.94396	1.19708	9526.45562
	2.635	383.99	23.24	51.58	1.08831	1.40352	2641.77883
	2.843	138.14	8.36	29.34	1.28292	1.26356	9429.67140
	3.828	17.50	1.06	2.99	7.35837	1.13058	10273.72809
	4.272	12.82	0.78	2.60	3.14628	1.03244	17091.40497
烟酰胺	5.098	90.47	5.48	15.29	5.81312	1.04037	17608.28280
	9.274	31.37	1.90	2.54	17.40102	1.01904	12946.18864
<b>总和</b>		<b>1652.11</b>					

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路85号启迪漕河泾(中山)科技园紫荆园10号楼

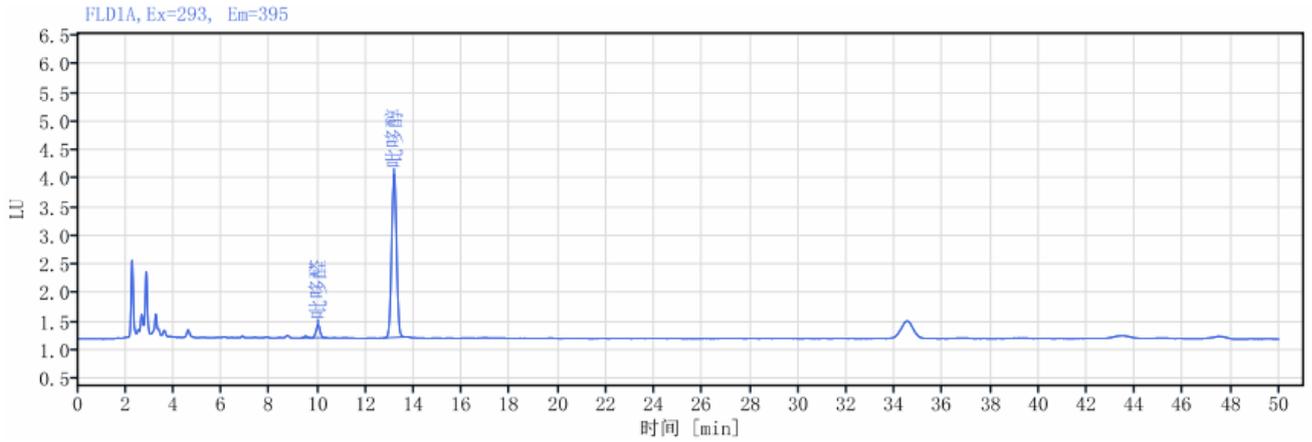
Add:浙江省金华市婺城区双林南街168号

Add:江苏省南京市六合区天圣路22号F栋4楼

Tel:400-810-6969



荧光谱图：

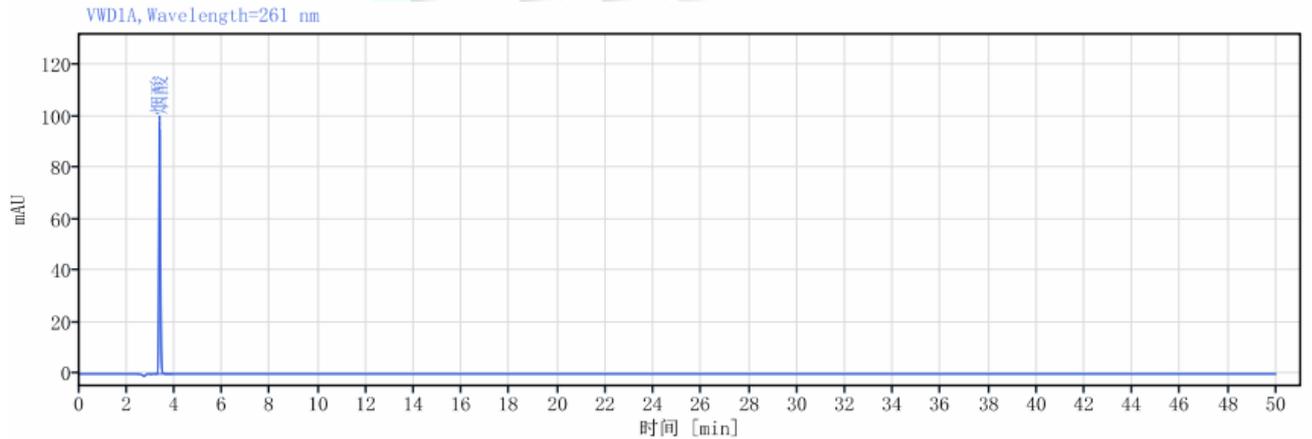


信号： FLD1A, Ex=293, Em=395

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP
	9.497	0.37	0.85	0.04		1.08522	17560.62751
吡哆醛	10.007	2.70	6.20	0.23	1.68346	1.09548	16449.18912
吡哆醇	13.174	40.45	92.95	2.86	9.20649	1.03571	19614.71613
<b>总和</b>		<b>43.52</b>					

(4) 烟酸溶液检测谱图

紫外谱图：



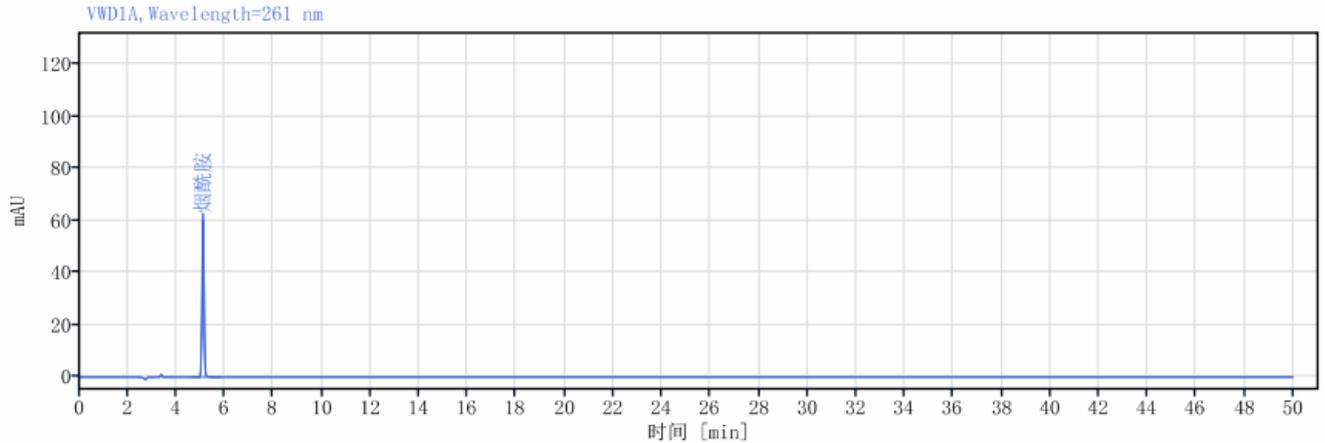
信号： VWD1A, Wavelength=261 nm

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP
烟酸	3.382	409.40	100.00	98.30		1.06862	15391.97600
<b>总和</b>		<b>409.40</b>					



(5) 烟酰胺溶液检测谱图

紫外谱图：

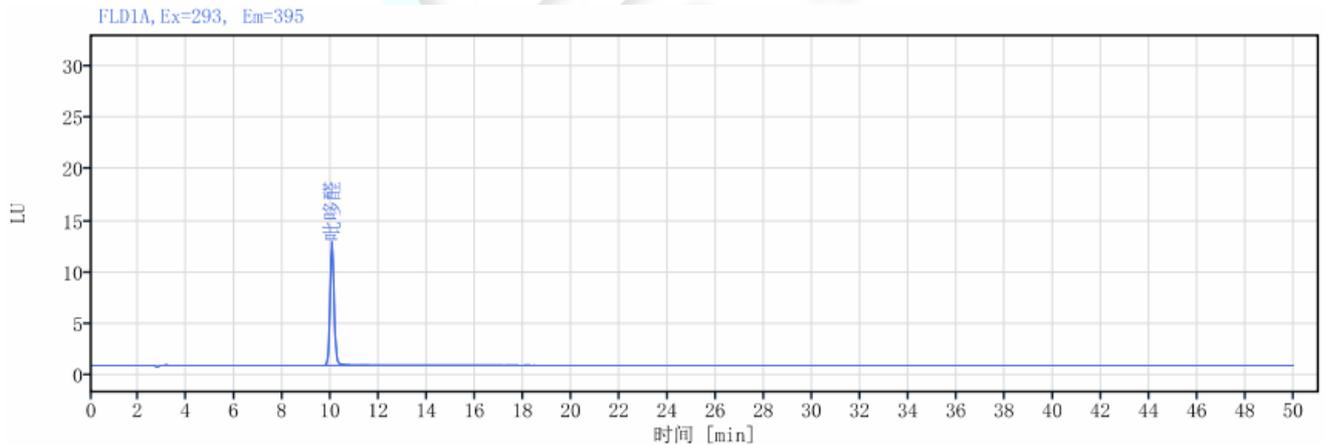


信号： VWD1A, Wavelength=261 nm

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP
烟酰胺	5.104	339.28	100.00	60.79		1.02761	19488.67713
<b>总和</b>		<b>339.28</b>					

(6) 吡哆醛溶液检测谱图

荧光谱图：



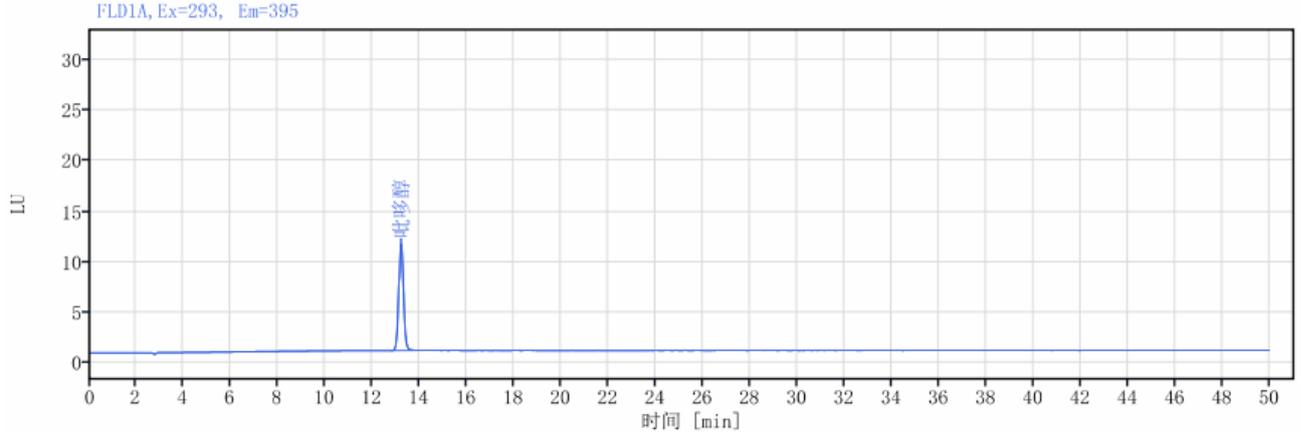
信号： FLD1A, Ex=293, Em=395

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP
吡哆醛	10.023	142.73	100.00	11.55		1.08282	15830.66710
<b>总和</b>		<b>142.73</b>					



(7) 吡哆醇溶液检测谱图

荧光谱图：

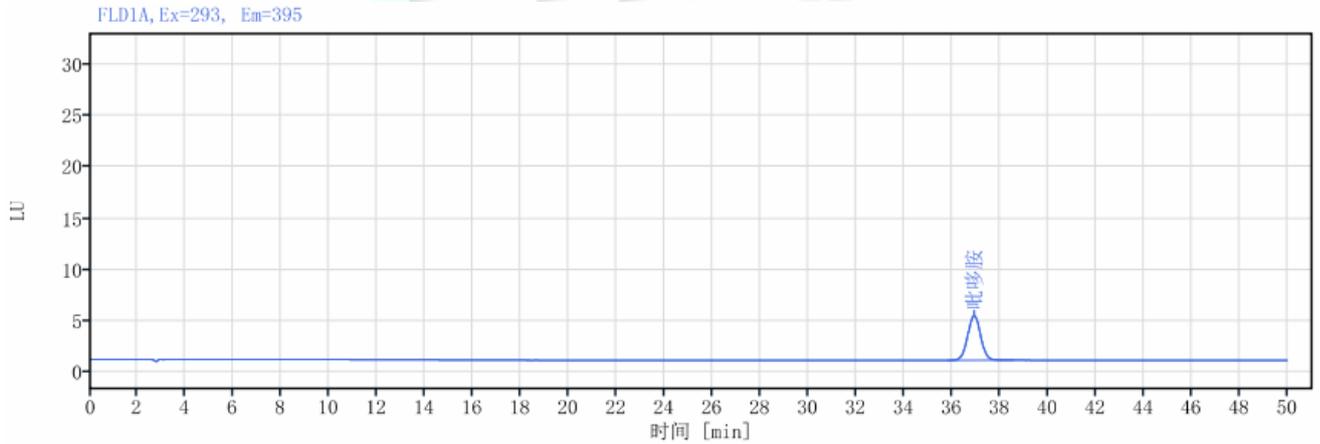


信号： FLD1A, Ex=293, Em=395

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP
吡哆醇	13.205	152.53	100.00	10.60		1.04247	19300.80940
<b>总和</b>		<b>152.53</b>					

(8) 吡哆胺溶液检测谱图

荧光谱图：



信号： FLD1A, Ex=293, Em=395

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP
吡哆胺	36.912	164.86	100.00	4.36		1.02223	21669.89803
<b>总和</b>		<b>164.86</b>					



### 3. 结论

使用月旭 Ultimate® plus-C18 (4.6×250 mm, 5 μm) 色谱柱在此色谱条件下可以采用同一色谱条件，同时采用紫外和荧光检测器将烟酸、烟酰胺和维生素 B6 分离，奶粉样品中可以检出烟酰胺、吡哆醛和吡哆醇，三个物质与其他杂质可以分离，符合客户的检测要求。

报告人: Lucy

审核人: Tim

日期: 202/01/19

