

牙膏中维生素 B₂、维生素 B₃、维生素 B₆ 的测定 GB/T 36921-2018

1、适用范围

适用牙膏中维生素 B₂、维生素 B₃、维生素 B₆ 的测定

参考标准：《GB/T 36921-2018 牙膏中维生素 B₂、维生素 B₃、维生素 B₆ 的测定高效液相色谱法》

2、溶液的配制

- 1) 盐酸溶液：准确量取 100mL 浓盐酸缓慢倒入 100mL 水中，混匀
- 2) 庚烷磺酸钠溶液：精确称取 1g 庚烷磺酸钠，用超纯水定容至 1L，超声混匀，用甲酸调节 pH 至 2.5，经 0.45μm 滤膜抽滤，待用。
- 3) 流动相 A:准确量取 340mL 庚烷磺酸钠溶液，加入 60mL 甲醇超声混匀，待用。
- 4) 流动相 B:准确量取 520mL 庚烷磺酸钠溶液，加入 280mL 甲醇超声混匀，待用。
- 5) 核黄素储备液 250mg/L：称取 25mg 核黄素标准品，加入 2mL 盐酸溶液，超声溶解后，用水定容至 100mL，0℃-4℃避光保存。
- 6) 烟酸、烟酰胺、盐酸吡多胺、盐酸吡多醛、盐酸吡哆醇储备液 1mg/mL：准确称取 0.1g 标准品用水定容至 100mL，0℃-4℃避光保存。
- 7) 用庚烷磺酸钠溶液将单标混合为 10mg/mL 的标准工作液

3、提取步骤

称取 1g（精确至 0.01g），于 50mL 具塞离心管中，加入 15mL 水，加入 2.5mL 甲醇，用水定至 25mL，涡旋 1min，超声提取 20min（中间旋摇一次防止样品附着于瓶底），12000r/min，离

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编：321000

E-mail:Lingyuyu@weLchmat.com

心 3min，取澄清液过 0.22 μ m 滤膜后测定。

4、注意事项

- 1) 加标水平: 1g 样中加入 1mL 10mg/L 标准工作液，最终定容至 25mL，因此加标水平为 10mg/kg，最终机度数为 0.4mg/L。
- 2) 原国标方法为，用丙酮水将储备液稀释成工作液，此法会使峰发生漂移，原提取加 2.5mL 丙酮也会影响目标峰，所以用甲醇提取。

5、色谱条件

色谱柱: 月旭 Ultimate® AQ-C18 4.6 \times 250mm, 5 μ m

流动相: 详见 2-3,2-4

流速: 1.0mL/min

柱温: 30 $^{\circ}$ C

进样量: 20 μ L

检测波长: 290nm, 261nm

梯度洗脱参数:

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0.0	100	0
10	100	0
17	0	100
33	0	100
34	100	0
70	100	0

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:Lingyuyu@welchmat.com

6、色谱图或者加标回收率结果

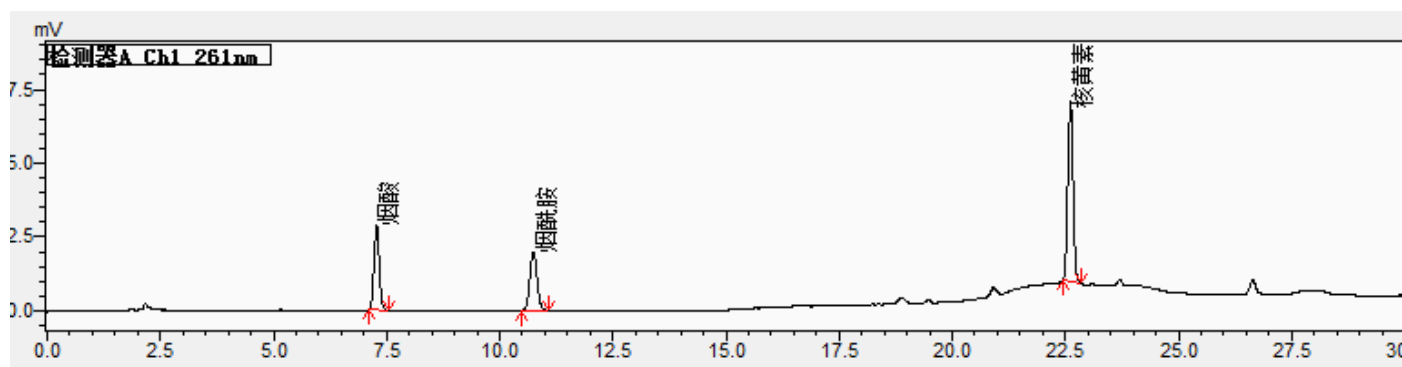


图 1. 维生素 B3(烟酸、烟酰胺)、维生素 B2(核黄素) 标准品 0.4mg/L 图谱

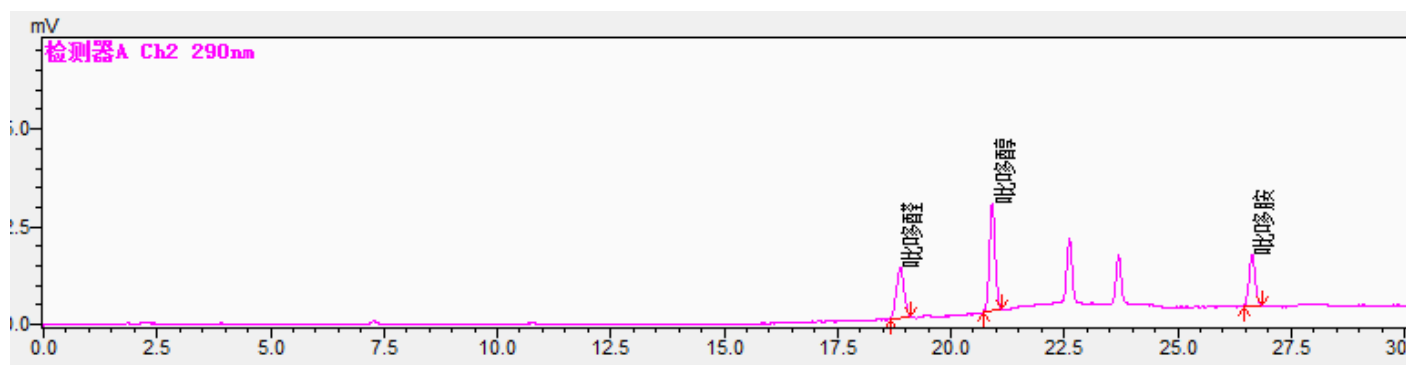


图 2. 维生素 B6(吡哆醛、吡哆醇、吡哆胺) 标准品 0.4mg/L 图谱

表 1 各峰相关参数

峰号	保留时间	面积	高度	面积%	理论塔板数 (USP)	拖尾因子	分离度 (USP)
烟酸	7.28	23171	2854	24.61	16826	1.068	—
烟酰胺	10.745	22203	1980	23.582	20271	1.038	13.163
核黄素	22.613	48779	6111	51.808	166059	1.072	45.314
吡哆醛	18.888	14920	1288	28.797	56122	1.006	—
吡哆醇	20.915	24642	2747	47.561	114523	1.029	7.162
吡哆胺	26.644	12249	1289	23.642	168696	1.058	22.612

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:Lingyuyu@welchmat.com

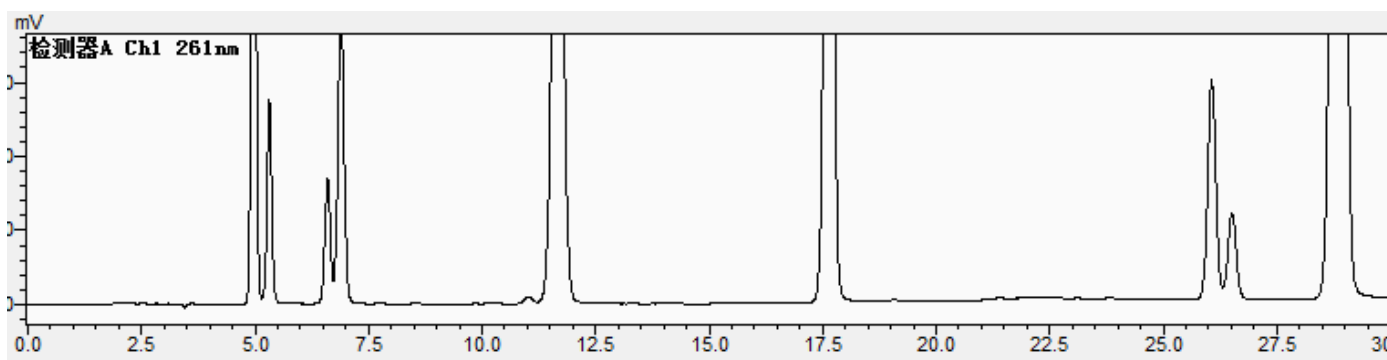


图3 牙膏空白 维生素B3(烟酸、烟酰胺)、维生素B2(核黄素)图谱

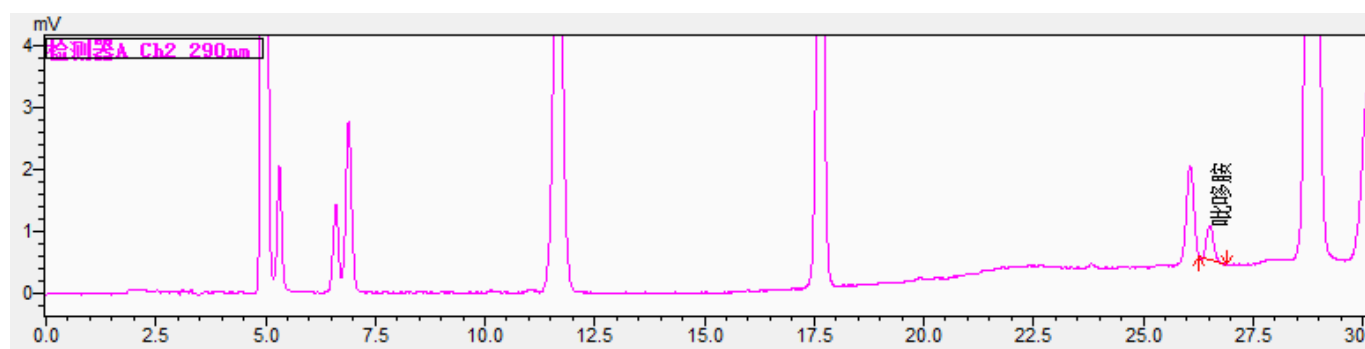


图4 牙膏空白 维生素B6(吡哆醛、吡哆醇、吡哆胺)图谱

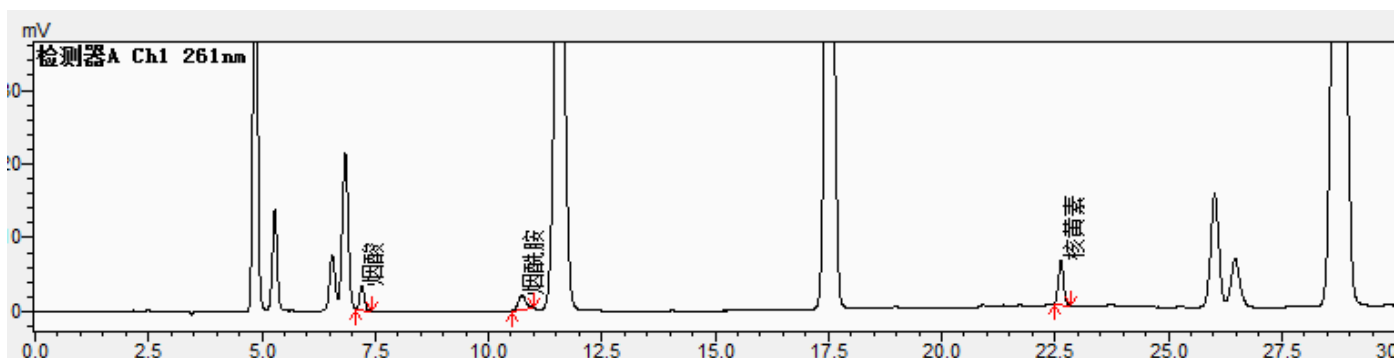


图5. 牙膏样加标维生素B3(烟酸、烟酰胺)、维生素B2(核黄素) 10mg/kg 图谱

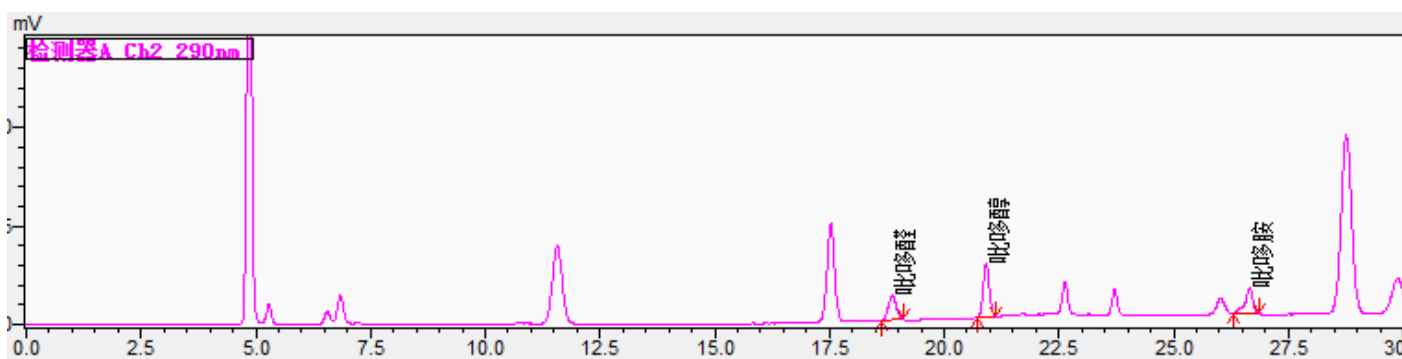


图6. 牙膏样加标维生素B6(吡哆醛、吡哆醇、吡哆胺) 10mg/kg 图谱

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:Lingyuyu@welchmat.com

表 2.加标回收率表

名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% (n=2)
烟酸	10	92%	3.29%
烟酰胺		105%	1.54%
核黄素		97%	5.73%
吡哆醛		99%	1.90%
吡哆醇		102%	0.32%
吡哆胺		84%	3.24%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管, 平盖, 锥形底,RCF12000xg, 袋装,未灭菌, 50ml, 50/包
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2mL 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00207-31043	液相色谱柱	Ultimate®AQ-C18, 4.6×250mm, 5μm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk
	盐酸吡哆醇标准品	CAS: 58-56-0
	盐酸吡哆醛标准品	CAS: 65-22-5
	盐酸吡哆胺标准品	CAS: 524-36-7
	烟酸标准品	CAS: 59-67-6
	烟酰胺标准品	CAS: 98-92-0
	核黄素标准品	CAS: 83-88-5

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:Lingyuyu@welchmat.com