

保健食品中 VB12 的测定

1、适用范围

适用于保健食品中 VB12 的测定

参考标准：《GB/T 17819-2017 添加剂预混合饲料中维生素 B12 的测定》

2、溶液的配制

VB12 标准储备液：准确称取 VB12 标准品 10mg，用 5%乙醇水溶解并定容至 10mL，浓度约为 1000 μ g/mL；转移至棕色试剂瓶中，冷藏保存，有效期 3 个月。

VB12 标准使用液：准确移取 VB12 标准储备液 0.5mL 至 50mL 容量瓶中，用水定容至刻度，浓度约为 1000 μ g/mL，转移至棕色试剂瓶中，冷藏保存。

0.1mol/L 乙酸钠溶液：称取 8.2g 无水乙酸钠，加水定容至 1L。

3、提取步骤

称取 2g 样品于 50mL 刻度离心管中，加入 20mL 0.1mol/L 乙酸钠溶液，涡旋混匀 2min，8000r/min 离心 5min。取出上清液，待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® BRP 规格：200 mg/6mL

活化：5mL 甲醇，5ml 水，弃去流出液

上样：准确移取 10ml 待净化液上样，弃去流出液

淋洗：5mL 水清洗试管后过小柱，弃去流出液

洗脱：加入 5mL 甲醇，抽干柱子，收集流出液。

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

浓缩：将洗脱液置于 50℃ 水浴中氮吹至干，水定容至 1mL，用 0.22μm 滤头过滤，作为 HPLC 供试样品，上机测定。

5、注意事项

- 1) 上样过程不能过快，保持在 1mL/min;
- 2) 加标水平：2g 样中，添加 0.2mL 10μg/mL 混合标准使用液，得到加标水平为 1.0mg/kg。最终定容到 1mL，机读数为 1mg/L。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Xtimate® C18 4.6×250mm, 5μm

流动相 A：精密称取磷酸氢二钾 0.87g，磷酸二氢钾 0.41g，用水溶解后加乙腈 125mL 用水稀释至 1000mL。

流动相 B：水-乙腈-磷酸=499-499-2。

时间	流动相 A	流动相 B
0	100	0
13	100	0
18	0	100
23	100	0
25	100	0

流速：1.2mL/min

柱温：30℃

进样量：20μL

波长：361nm

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

7、色谱图或者加标回收率结果

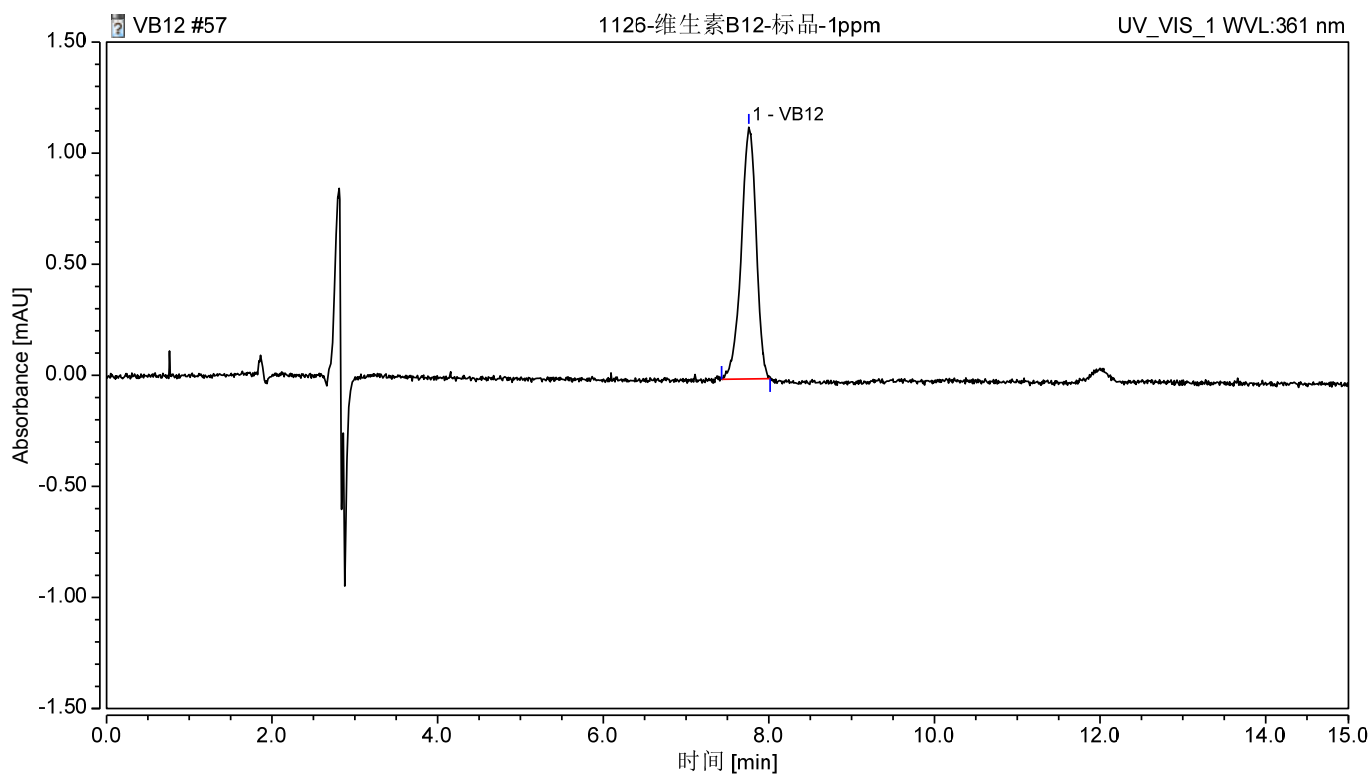


图 1.VB12 标准品 1mg/L 图谱

表 1：相关峰信息

序号	峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	分离度	不对称度	塔板数
1	VB12	7.758	0.236	1.133	100.00	n. a.	0.92	9241

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

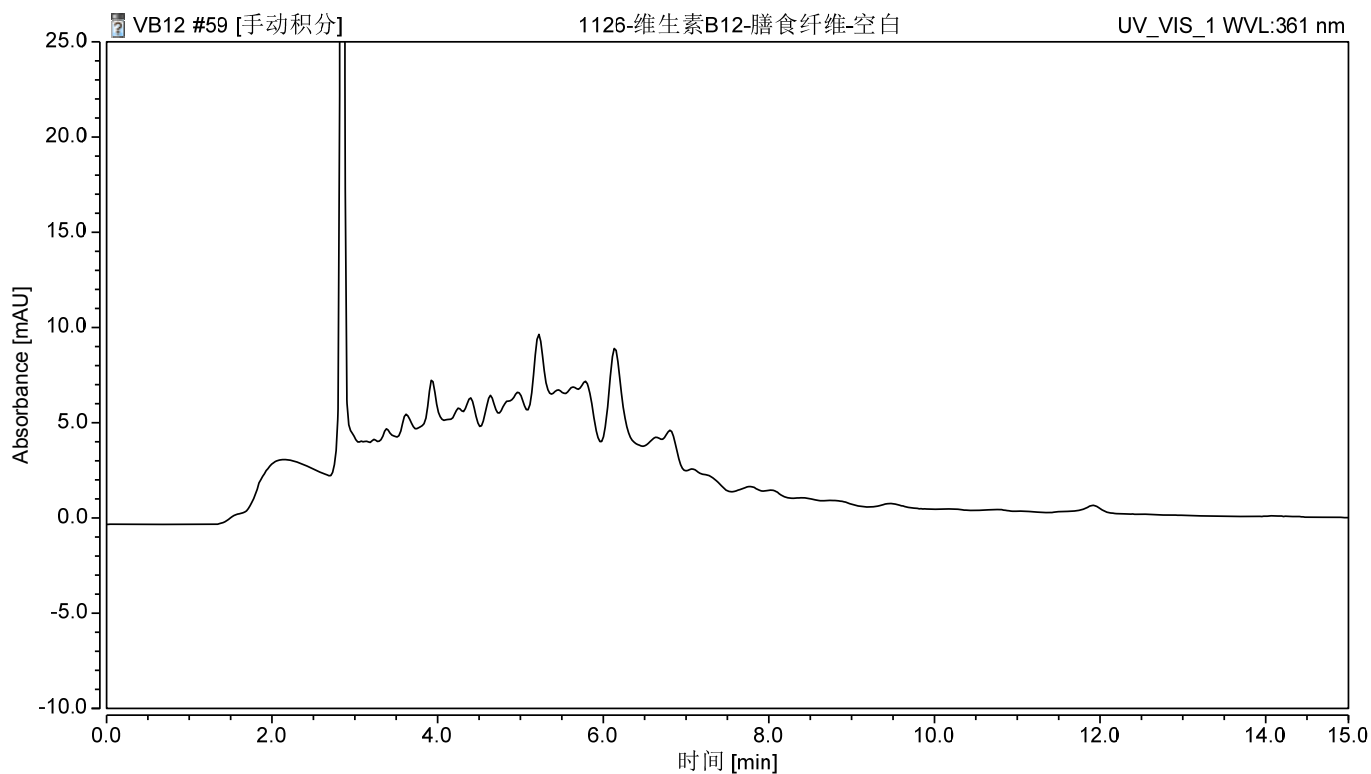


图 2.保健食品样品空白图谱

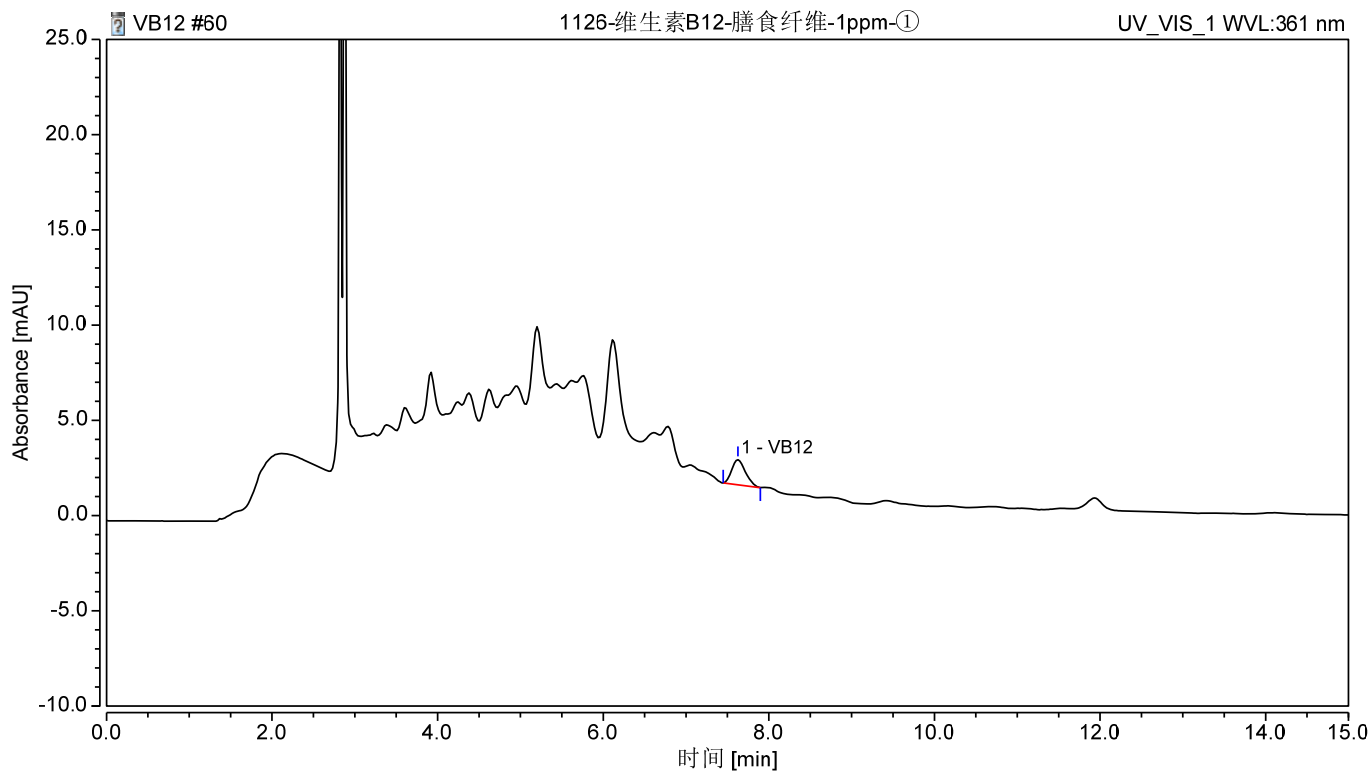


图 3.保健食品样品加标 1.0mg/kg 图谱

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：保健食品样品加标回收率

样品	分类	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% N=3
保健食品	VB12	1.0	96.7	3.35

8. 相关产品信息

货号	名称	规格
00522-20014	SPE 小柱	Welchrom® BRP , 200mg/6mL,30pk
00000-30016	50mL 螺口尖底离心管	50 支/包
00000-30113	15mL 螺口尖底离心管	100 支/包
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
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
00101-21043	液相色谱柱	Xtimate®C18, 4.6×250mm,5μm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY, 13mm*0.22μm,100pk
	VB ₁₂	中国药品生物制品检定所, 纯度 95.5%

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

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