

测试报告

样品信息			
样品名称	银耳	编号	SHZ-20230421-005
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2023/04/17	测试期间	2023/04/17-2023/04/19
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	米醇菌酸		
参考标准			
参考标准	GB 5009.189.2016	标样	有
仪器信息			
测试仪器	液相色谱仪	仪器型号	WISys 5000

● 色谱条件:

色谱柱:	Ultimate® XB-C18 4.6×250mm, 5μm		
流动相:	时间	流动相 A: (纯水 pH=2.5) %	流动相 B: (甲 醇) %
	0.00	25	75
	30.00	25	75
柱温:	30 °C		
流速:	0.3 mL/min		
紫外检测器:	检测波长: 267 nm		
进样量:	20 μL		
注意事项	本次测试采用基质曲线, 建议与样品同时处理。		



● 流动相的配置：

流动相 A：纯水（pH=2.5）（用冰乙酸调节 pH 至 2.5）；

流动相 B：色谱级甲醇；

● 样品溶液的配置：

样品溶液：称取 20 g 银耳干粉试样（经过 ϕ 0.425mm 筛）（精确到 0.01 g）于 250 mL 锥形瓶中，准确加入 100 mL 氨水甲醇溶液（甲醇：氨水：水=80：1：19）。混匀，避光浸泡 1 h，超声提取约 30 min,过滤。取滤液 50 mL，至于 80℃ 水浴中浓缩至约 3 mL，待净化。

Welchrom® P-SAX 固相萃取柱（200 mg/6 mL），用 5 mL 甲醇、5 mL 水活化。

取待净化液过柱，弃去。

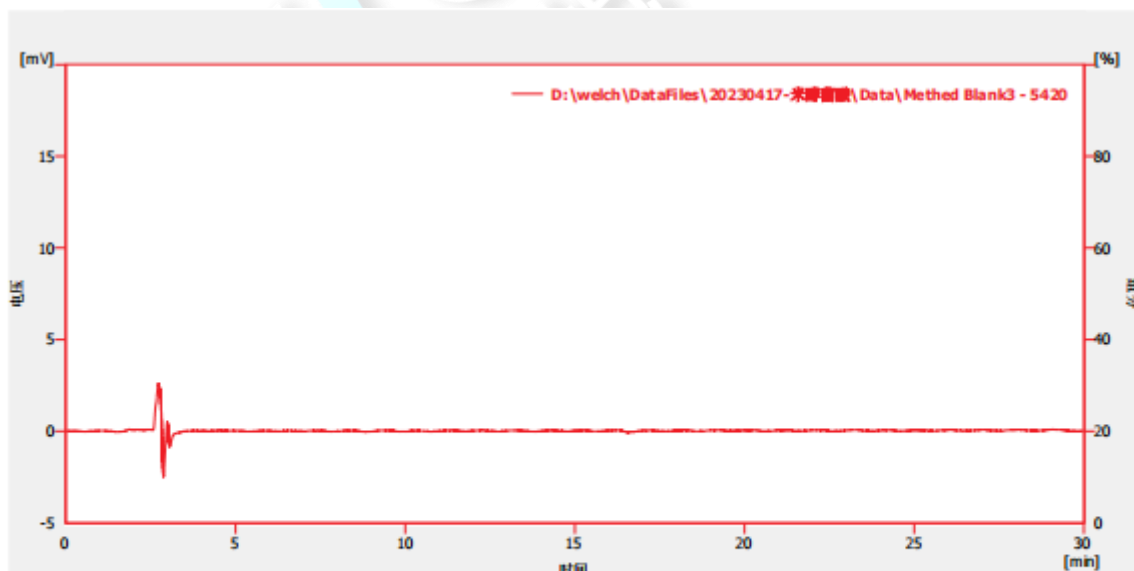
依次用 5mL 水、5 mL 甲醇淋洗，弃去，抽干。

用 6mL 甲酸甲醇溶液（2%）洗脱并收集。

洗脱液于 40℃ 下氮吹至干，准确加入 0.5mL 甲醇溶解残渣，过 0.22 μ m 滤膜，上机分析。

谱图和数据

(1) 空白

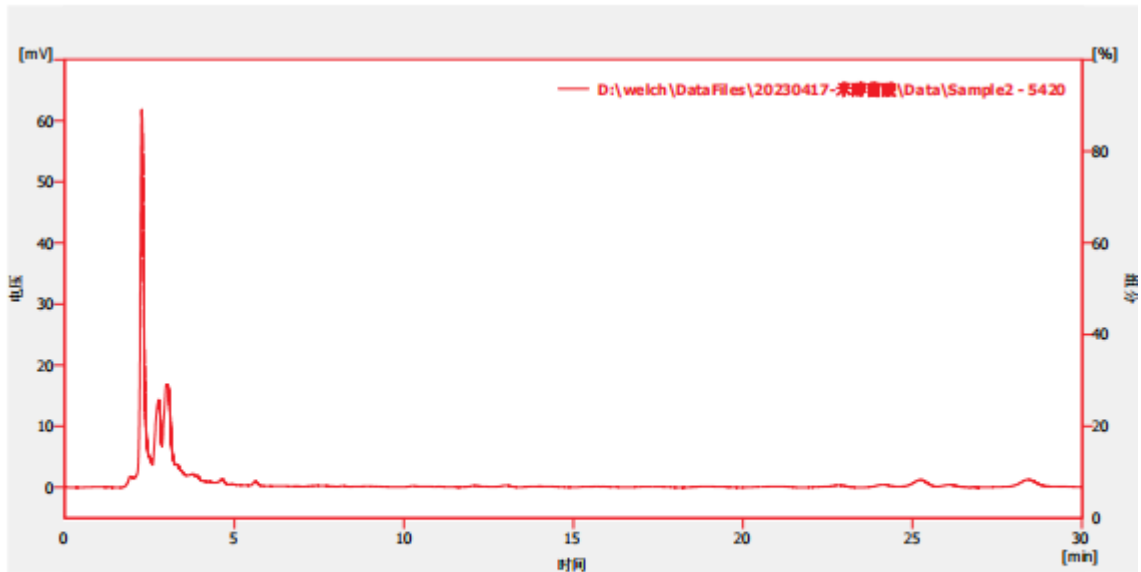


结果表(不计算 - D:\welch\DataFiles\20230417-米酵菌酸\Data\Method Blank3 - 5420)

保留时间 [min]	峰面积 [mV.s]	峰高 [mV]	面积 [%]	柱效 [th.pl]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]
没有峰要报告						



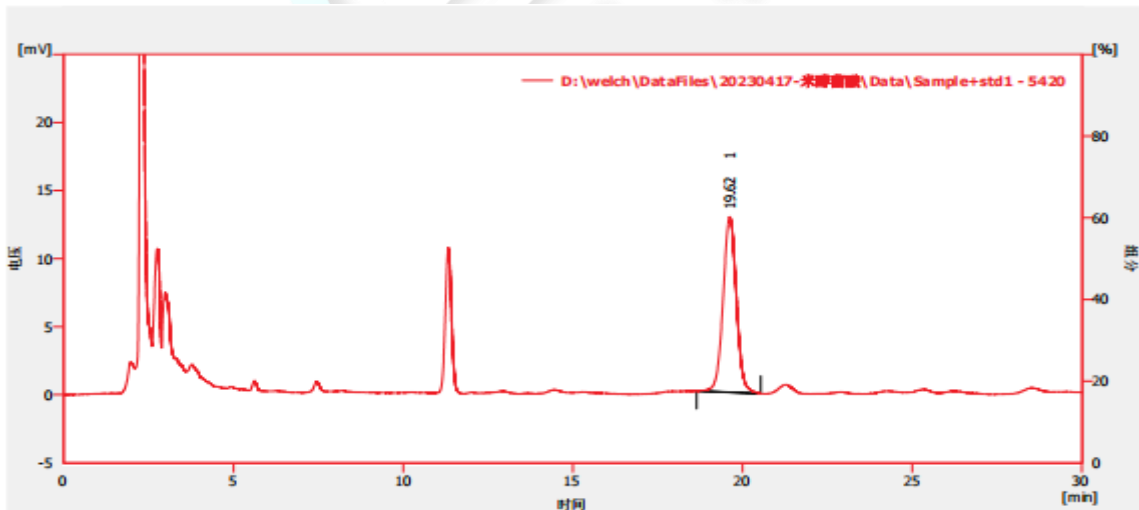
(2) 样品溶液



结果表(不计算 - D:\welch\DataFiles\20230417-米醇菌酸\Data\Sample2 - 5420)

保留时间 [min]	峰面积 [mV.s]	峰高 [mV]	面积 [%]	柱效 [th.pl]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]
没有峰要报告						

(3) 10 μg/mL 基质曲线

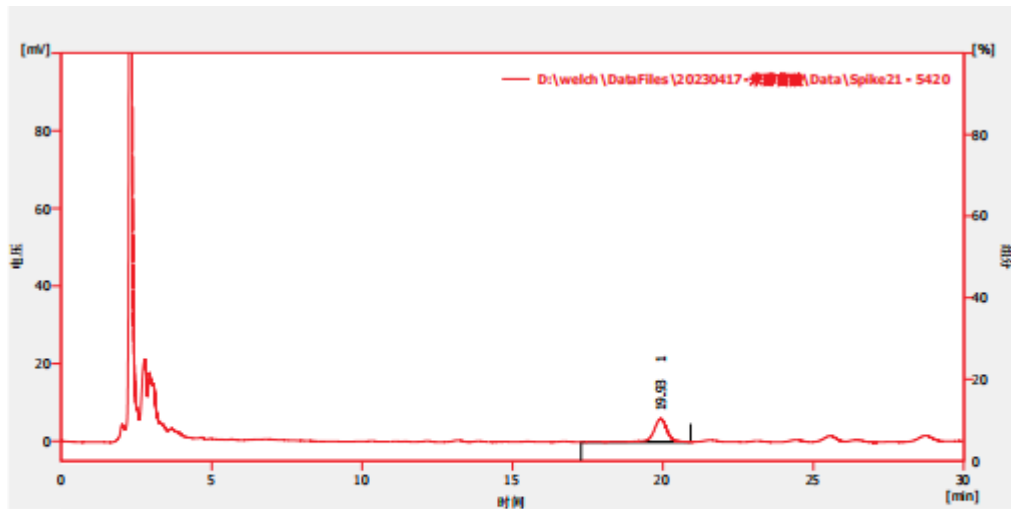


结果表(不计算 - D:\welch\DataFiles\20230417-米醇菌酸\Data\Sample+std1 - 5420)

	保留时间 [min]	峰面积 [mV.s]	峰高 [mV]	面积 [%]	柱效 [th.pl]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]
1	19.623	352.221	12.900	100.0	12337		1.023
	合计	352.221	12.900	100.0			

(4) 样品加标, 10 μg/mL。

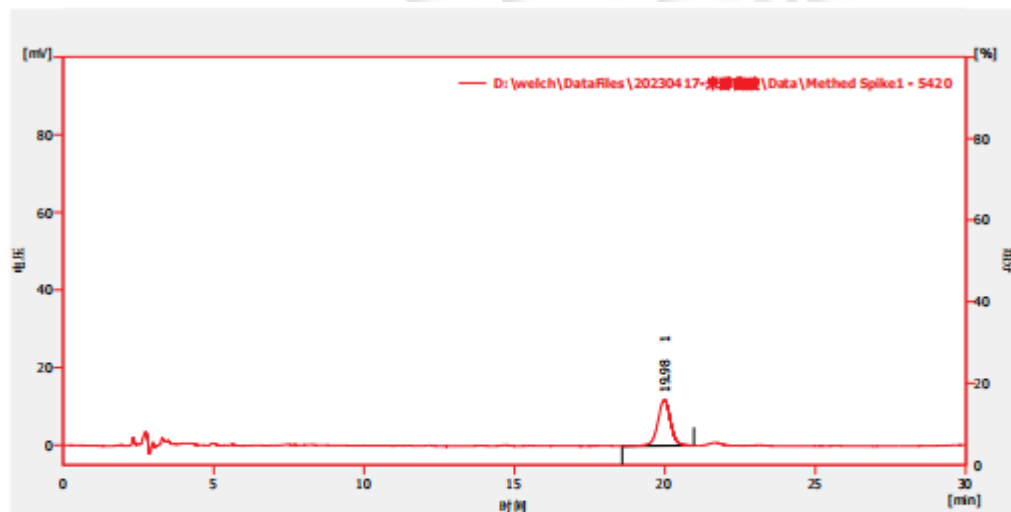




结果表(不计算 - D:\welch\DataFiles\20230417-米酵菌酸\Data\Spike21 - 5420)

	保留时间 [min]	峰面积 [mV.s]	峰高 [mV]	面积 [%]	柱效 [Height]	分离度 [-]	对称拖尾因子 [-]
1	19.933	183.262	5.989	100.0	11588		0.986
	合计	183.262	5.989	100.0			

(5) 方法加标, 10 $\mu\text{g/mL}$ 。



结果表(不计算 - D:\welch\DataFiles\20230417-米酵菌酸\Data\Method Spike1 - 5420)

	保留时间 [min]	峰面积 [mV.s]	峰高 [mV]	面积 [%]	柱效 [Height]	分离度 [-]	对称拖尾因子 [-]
1	19.983	350.030	11.933	100.0	11470		1.007
	合计	350.030	11.933	100.0			

● 结论:

使用月旭 Welchrom® P-SAX 固相萃取柱 (200 mg/6 mL) 检测银耳中米酵菌酸回收率为 52.0%，方法加标回收率为 99.4%；样品回收率受基质影响偏低。

日期: 2023/04/23

