

测试报告

样品信息			
样品名称	乳粉	编 号	W20210805-001
样品重量	/	剂 型	/
收样日期	/	测试期间	2021/08/09-08/12
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	三聚氰胺		
参考标准			
参考标准	GB/T 22388-2008	标样	有
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱仪	仪器型号	Waters 2695

● 色谱条件：

色谱柱：	月旭 Ultimate® AQ-C18(4.6*250 mm,5 μm)
流动相：	离子对试剂缓冲液：乙腈=90:10
柱温：	40°C
检测波长：	240 nm
流速：	1.0 mL/min
进样量：	20 μL
注意事项：	/



● 流动相的配置:

离子对试剂缓冲液: 准确称取 2.10 g 柠檬酸和 2.16 g 辛烷磺酸钠, 加入约 980 mL 水溶解, 用磷酸调节 pH 至 3.0 后, 定容至 1 L, 抽滤, 即得;

乙腈: 量取适量乙腈, 抽滤。

● 样品溶液的配制:

(1) 提取步骤

称取 2 g (精确至 0.01 g) 试样于 50 mL 具塞塑料离心管中, 加入 15 mL 1% 三氯乙酸和 5 mL 乙腈, 超声提取 10 min, 再震荡提取 10 min 后, 以不低于 4000 r/min 离心 10 min, 上清液经三氯乙酸润湿的滤纸过滤后, 用三氯乙酸溶液定容至 25 mL, 移取 5 mL 滤液, 加入 5 mL 水, 混匀后待净化液。

(2) SPE 净化步骤

SPE 柱: 月旭 Welchrom® P-SCX 固相萃取柱 (60 mg/3 mL)

活化: 依次加入 3 mL 甲醇、5 mL 水活化, 流出液弃去;

上样: 将提取液加入月旭 Welchrom® P-SCX 柱中, 流出液弃去;

淋洗: 依次用 3 mL 水、3 mL 甲醇淋洗, 淋洗液弃去;

洗脱: 用 6 mL 5% 氨水-甲醇溶液洗脱, 收集洗脱液;

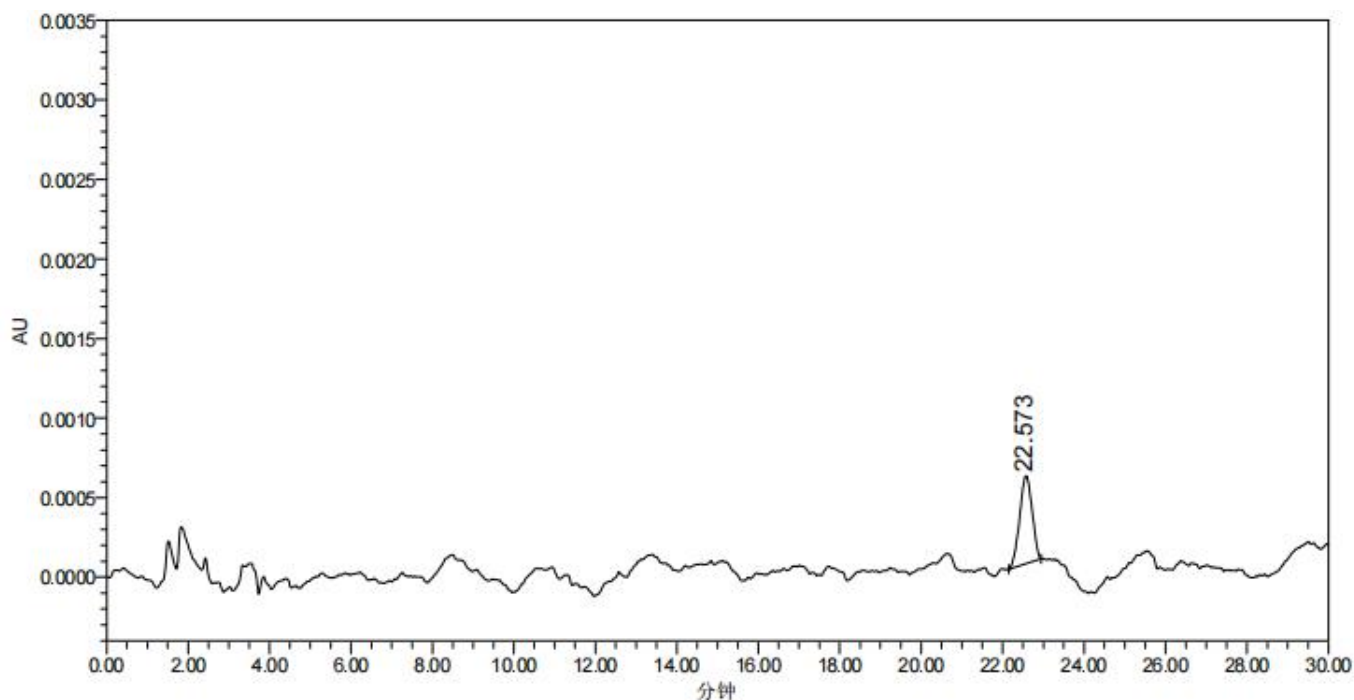
浓缩: 50°C 氮吹至干, 残留物用 1 mL 流动相定溶, 涡旋混合 1 min, 过微孔滤膜后, 供 HPLC 分析。

● 谱图和数据

使用仪器: Waters 2695 月旭 Ultimate® AQ-C18(4.6*250 mm, 5 μm)

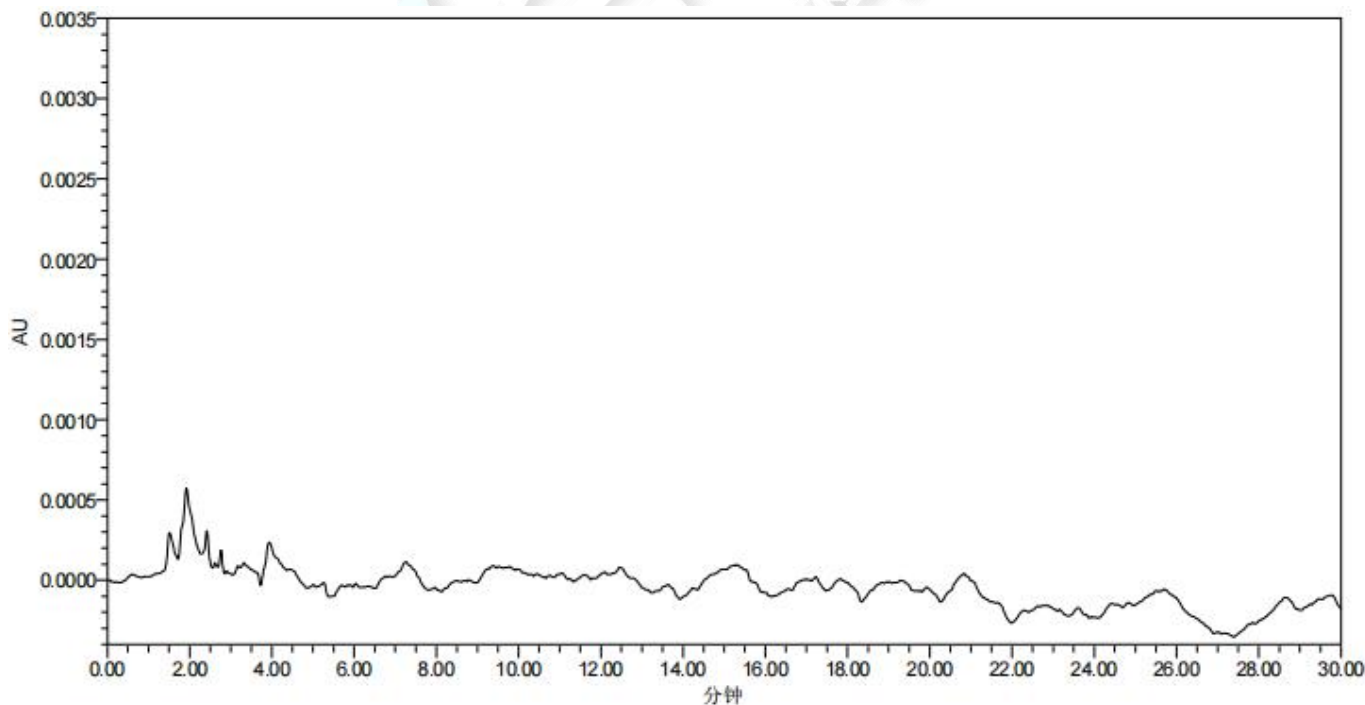


(1) 三聚氰胺单标 (浓度为 3 $\mu\text{g/mL}$)

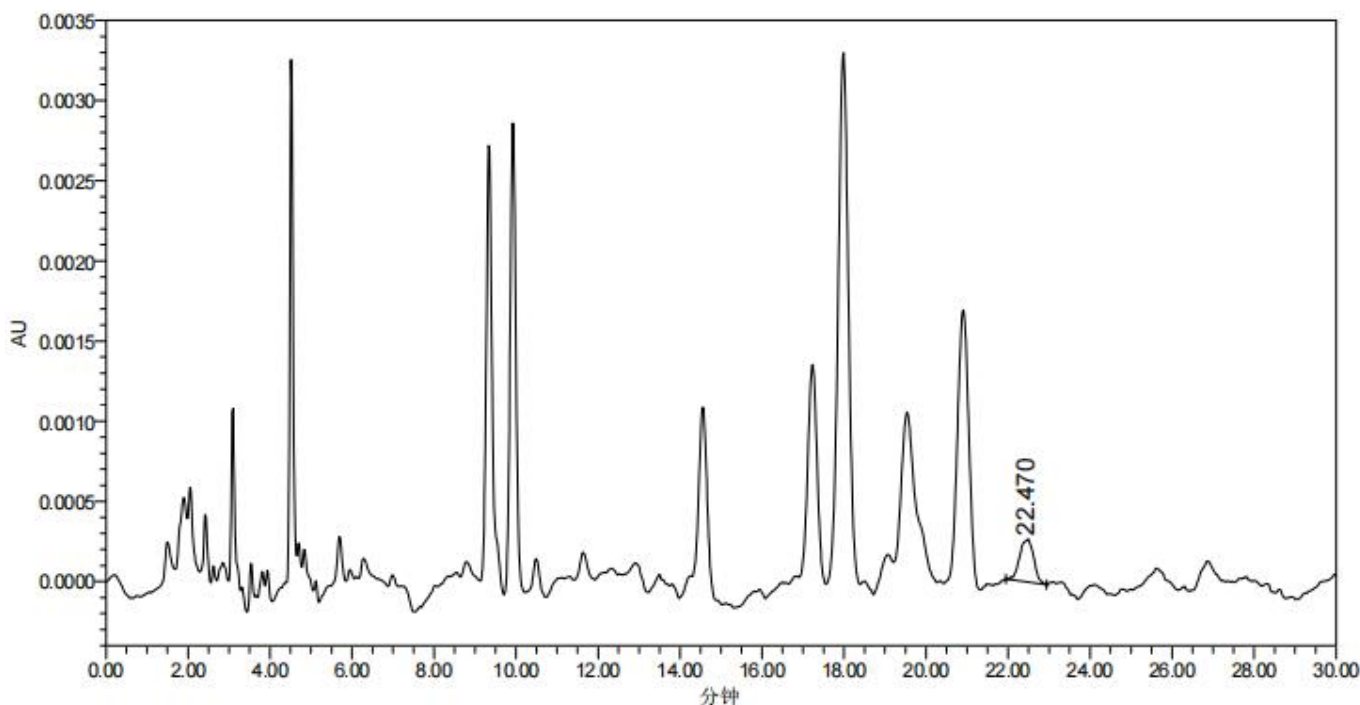


	名称	保留时间	面积	峰高	含量	单位	s/n	USP 理论塔板数	USP 拖尾
1		22.573	11737	551			5.842601	2.334114e+004	9.497790e-001

(2) 空白

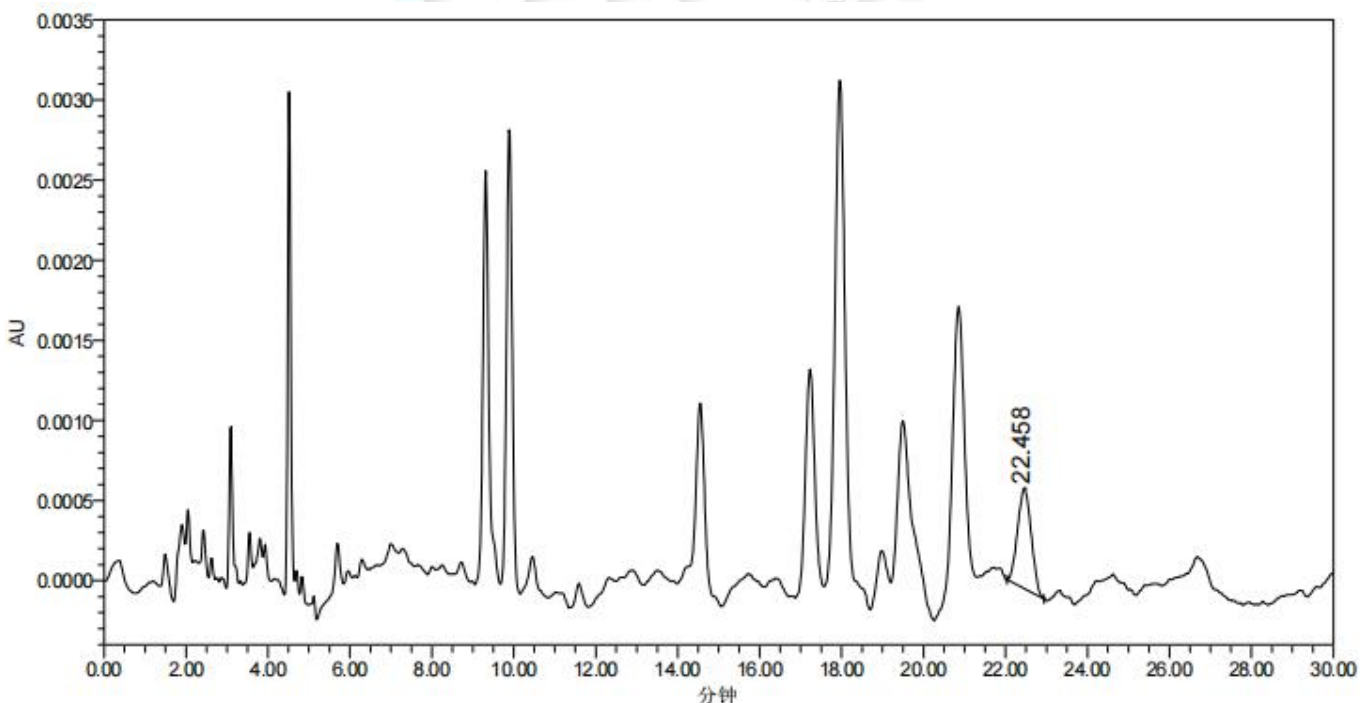


(3) 乳粉样品



名称	保留时间	面积	峰高	含量	单位	s/n	USP 理论塔板数	USP 拖尾
1	22.470	6294	263			4.189966	2.167072e+004	9.718592e-001

(4) 乳粉样品加标 (加标量 6 mg/kg)



名称	保留时间	面积	峰高	含量	单位	s/n	USP 理论塔板数	USP 拖尾
1	22.458	14434	629			7.230718	2.050926e+004	1.071456e+000



结论:

使用月旭 Ultimate®AQ-C18(4.6*250 mm,5 μm)色谱柱,对待测样品中三聚氰胺进行检测,未出现干扰峰。

日期: 2021/08/12

