

## 测试报告

样品信息			
样品名称	虾肉、鱼肉	项目编号	SHZ-20231103-004
样品批号	/	样品性状	/
收样日期	2023/11/25	测试期间	2023/11/26-2023/12/1
标样信息			
名称	规格	数量	
三卡因	100mg	1 瓶	
苯佐卡因	10mg	1 瓶	
喹哪啶	100 mg/L	1.2 mL	
实验要求			
研发提供小柱与实验室小柱比对			
参考方法			
SN/T 5441-2022			
试剂信息			
试剂名称	级别	品牌	
甲醇	HPLC	月旭	
甲酸	HPLC	月旭	
乙腈	HPLC	月旭	
磷酸氢二钠	AR	沪试	
柠檬酸	AR	泰坦	
仪器信息			
仪器厂家		仪器型号	
Waters		Xevo TQ-S micro	

## 1. 试验过程

## 1.1. 色谱条件

色谱柱	Ultimate @UHPLC XB-C18 (2.1×150mm,3μm)
流动相	A: 0.1 %甲酸水; B:乙腈 ;

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 15

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500



柱温	35°C		
流速	0.3 mL/min		
进样量	5 µL		
参考色谱条件	时间/min	A/%	B/%
	0	98	2
	2	98	2
	2.1	60	40
	6	60	40
	6.1	40	60
	10	40	60
	10.1	2	98
	12	2	98
	12.1	98	2
15	98	2	

## 1.2. 质谱条件

### ● 质谱条件：

离子源：ESI

检测方式：MRM

干燥气：氮气，550°C，流速：1000L/Hr

碰撞气：氩气

离子喷雾电压：1kV

名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	Cone (V)	Collision (V)	Polarity
三卡因	166.1	94.0	32	18	Positive
		138.0		12	
苯佐卡因	166.1	77.0	40	26	Positive
		138.0		14	
喹哪啶	144.1	128.0	24	20	Positive
		103.0		24	

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 2 页 共 15

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500



### 1.3. 溶液配制

#### 1.3.1. 加标浓度：

三卡因：10 ng/mL、 苯佐卡因：10 ng/mL、 喹哪啶：10 ng/mL。

#### 1.3.2. 流动相配制：

0.1 %甲酸水溶液：取甲酸 0.05 mL，加水定容至 500 mL，摇匀待用；

#### 1.3.3. 溶液配制：

0.2 mol/L 磷酸氢二钠：准确称取磷酸氢二钠 7.1 g，用水溶解并定容到 250 mL，混匀备用；

0.1 mol/L 柠檬酸：准确称取柠檬酸 4.8 g，用水溶解并定容至 250 mL，混匀备用；

磷酸盐-柠檬酸缓冲液：量取磷酸氢二钠溶液 43.7 mL 和柠檬酸溶液 56.3 mL 混匀，现配现用；

7.5 %甲醇溶液：量取 7.5 mL 甲醇，用水定容至 100 mL，混匀待用；

磷酸盐缓冲液-甲醇混合溶液（50+50，体积比）：量取磷酸盐-柠檬酸缓冲液 100 mL 和甲醇 100 mL，混匀备用；

#### 1.3.4. 标准溶液配制：

将上标准品溶液用甲醇稀释至 0.5 mg/L，供仪器调谐使用；

#### 1.3.5 样品溶液配制：（虾肉）

称取 1 g 虾肉（精确至 0.01 g）于 50 mL 离心管中，加入磷酸盐缓冲-甲醇混合溶液 5 mL，均质器高速均浆 30 s，均质器刀头用 5 mL 磷酸盐缓冲-甲醇混合溶液清洗，将清洗液与均浆合并，涡旋 2 min 后，样品于 5000 r/min，离心 3 min，上清液转移至另一 50 mL 离心管中；在离心管剩余残渣内再加入 10 mL 磷酸盐缓冲-甲醇混合溶液，涡旋 2 min，5000 r/min 离心 5 min。将两次提取液合并，混匀，待净化。

Welchrom® BRP,500 mg/6 mL：（实验室领用）

活化：6 mL 甲醇、6 mL 磷酸盐-柠檬酸缓冲液；

上样：样品溶液，流速控制在 1 s/滴；

淋洗：6 mL 甲醇分两次淋洗，弃去流出液，抽至近干；

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



洗脱：用 6 mL 甲醇分三次洗脱，收集全部洗脱液；

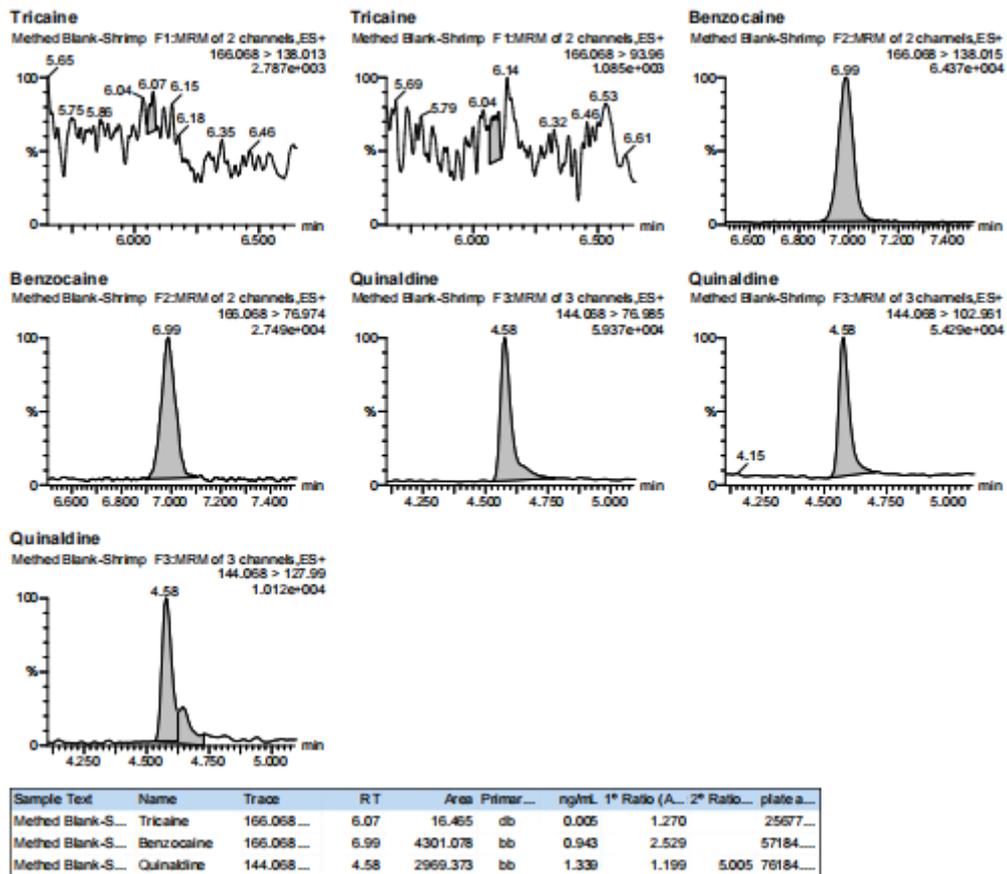
将洗脱液于 40 °C 水浴下氮吹至近干，用乙腈定容至 1 mL，混匀过 0.22 μm 尼龙滤膜，待测。

### 1.3.5.1 样品量

方法空白(Method Blank)、基质空白 (Sample)、基质曲线 (Sample+Std) 基质加标(Spike1、Spike2)、方法加标(Method Spike)

### 1.3.5.2 谱图和数据

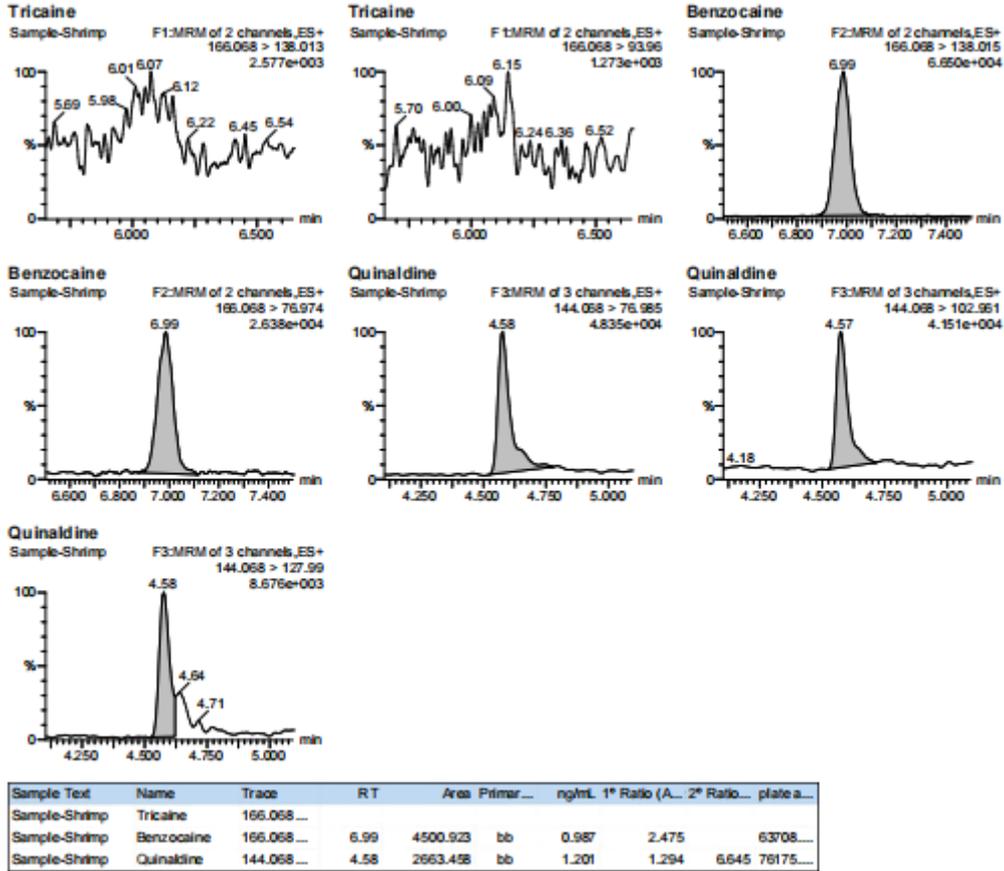
#### (1) 方法空白(Method Blank)溶液检测图谱



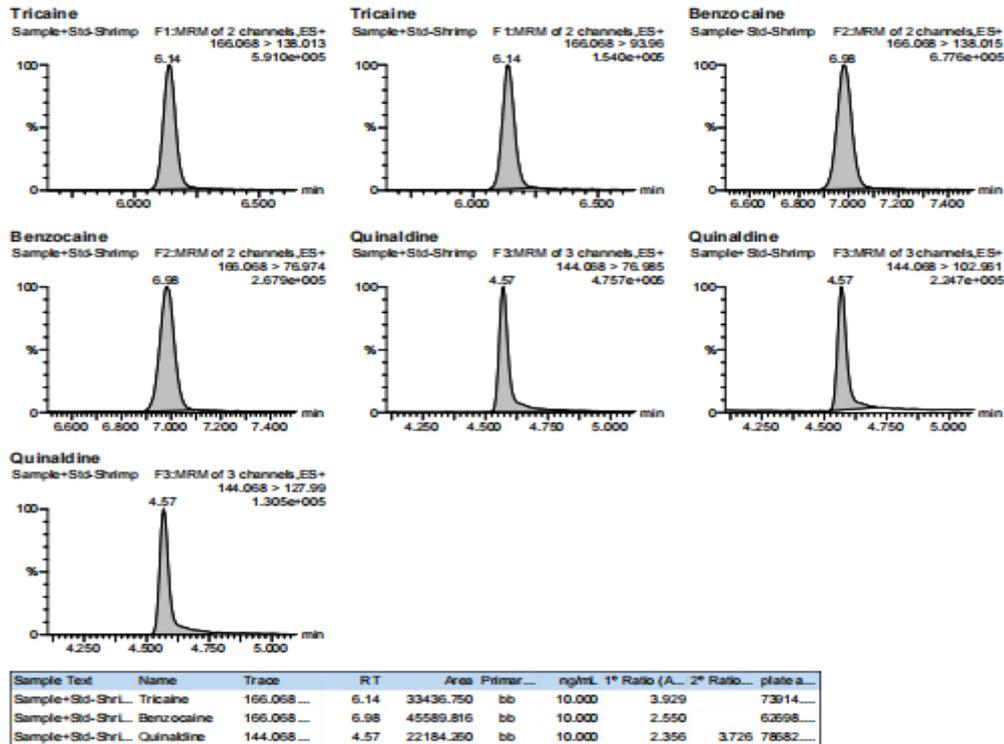
#### (2) 基质空白 (Sample) 溶液检测图谱



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: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



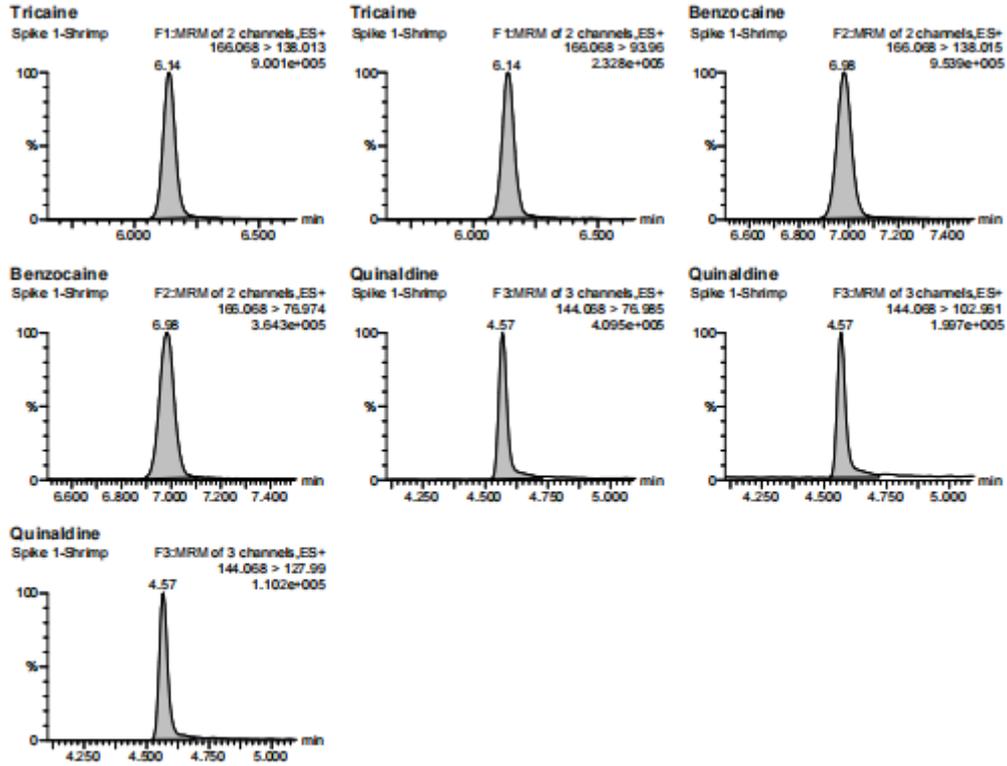
(3) 基质曲线 (Sample+Std) 溶液检测图谱



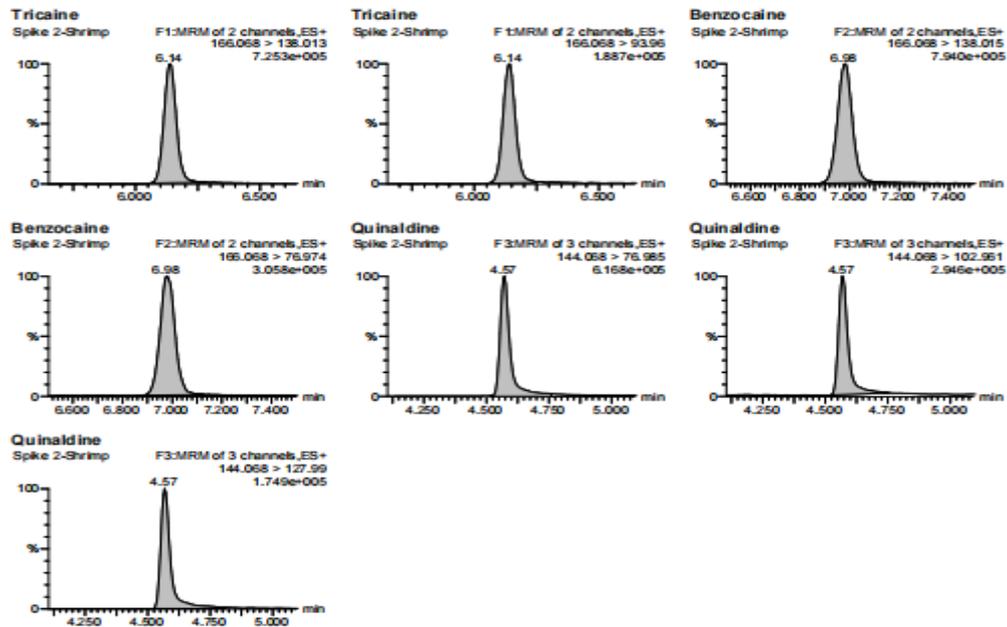
声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。  
 Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园紫荆园 10 号楼  
 Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号  
 Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼  
 Tel:400-810-6969



(4) 基质加标(Spike1、Spike2) 溶液检测图谱



Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primer...	ng/mL	1 <sup>st</sup> Ratio (A...	2 <sup>nd</sup> Ratio...	plate a...
Spike 1-Shrimp	Tricaine	166.068 ...	6.14	50251.352	bb	15.029	3.841	79370...	
Spike 1-Shrimp	Benzocaine	166.068 ...	6.98	63958.328	bb	14.029	2.577	71837...	
Spike 1-Shrimp	Quinaldine	144.068 ...	4.57	16316.637	bd	7.355	2.004	3712 96287...	

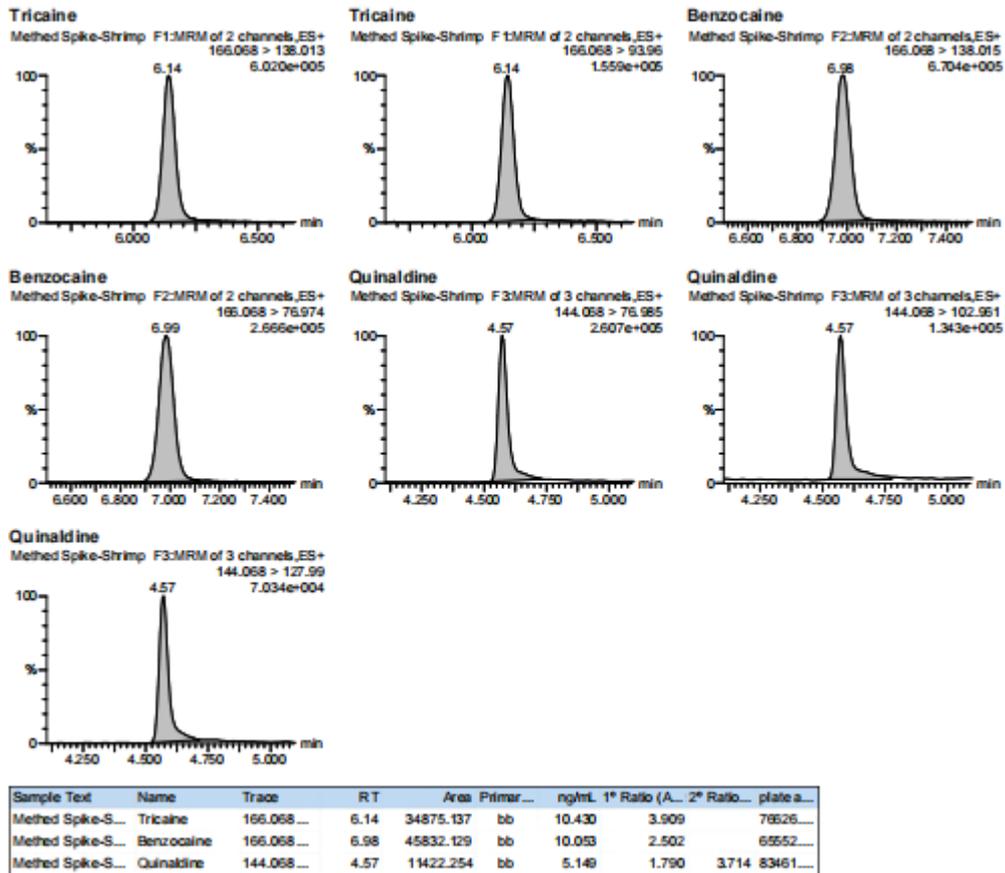


Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primer...	ng/mL	1 <sup>st</sup> Ratio (A...	2 <sup>nd</sup> Ratio...	plate a...
Spike 2-Shrimp	Tricaine	166.068 ...	6.14	41069.438	bb	12.283	3.825	73303...	
Spike 2-Shrimp	Benzocaine	166.068 ...	6.98	54182.020	bb	11.885	2.584	65946...	
Spike 2-Shrimp	Quinaldine	144.068 ...	4.57	28508.945	MM	12.895	2.234	3586 86456...	

(5) 方法加标(Methed Spike)溶液溶液检测图谱

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: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





### 1.3.5.3 结果与分析

使用实验室领用 Welchrom® BRP,500 mg/6 mL SPE 小柱，以 Sample+Std 计算 基质加标回收率：三卡因回收率为：150.3 %、122.8 %；苯佐卡因回收率为：140.3 %、118.9 %；喹哪啶回收率为：73.6 %、129.0 %，且以 Sample+Std 计算 10 ng/mL 混合标准溶液回收率三卡因为：158.3 %、苯佐卡因为：118.5 %、喹哪啶为：222.1 %，此基质基质效应较强，更换其它基质重新进行实验。

### 1.3.6 样品溶液配制：（鱼肉）

称取 1 g 鱼肉（精确至 0.01 g）于 50 mL 离心管中，加入磷酸盐缓冲-甲醇混合溶液 5 mL，均质器高速均浆 30 s，均质器刀头用 5 mL 磷酸盐缓冲-甲醇混合溶液清洗，将清洗液与均浆合并，涡旋 2 min 后，样品于 5000 r/min，离心 3 min，上清液转移至另一 50 mL 离心管中；在离心管剩余残渣内再加入 10 mL 磷酸盐缓冲-甲醇混合溶液，涡旋 2 min，5000 r/min 离心 5 min。将两次提取液合并，混匀，待净化。

Welchrom® BRP,500 mg/6 mL：（实验室领用）

活化：6 mL 甲醇、6 mL 磷酸盐-柠檬酸缓冲液；

上样：样品溶液，流速控制在 1 s/滴；

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



淋洗：6 mL 甲醇分两次淋洗，弃去流出液，抽至近干；

洗脱：用 6 mL 甲醇分三次洗脱，收集全部洗脱液；

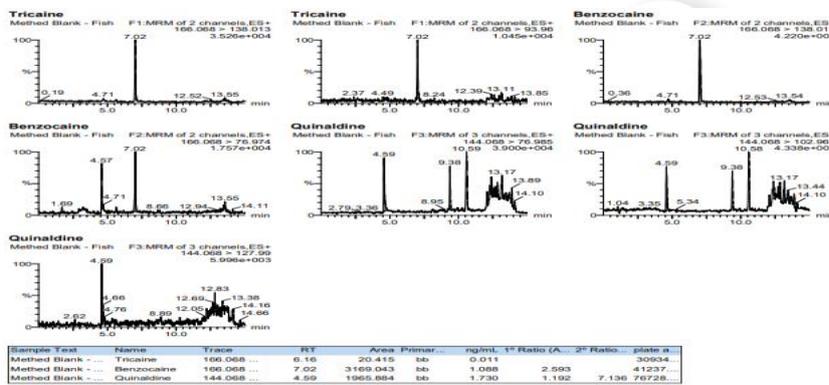
将洗脱液于 40 °C 水浴下氮吹至近干，用乙腈定容至 1 mL，混匀过 0.22 μm 尼龙滤膜，待测。

### 1.3.6.1 样品量

方法空白(Method Blank)、基质空白 (Sample)、基质曲线 (Sample+Std) 基质加标(Spike1、Spike2)、方法加标(Method Spike)

### 1.3.6.2 谱图和数据

#### (1) 方法空白(Method Blank)溶液检测图谱



#### (2) 基质空白 (Sample) 溶液检测图谱

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。

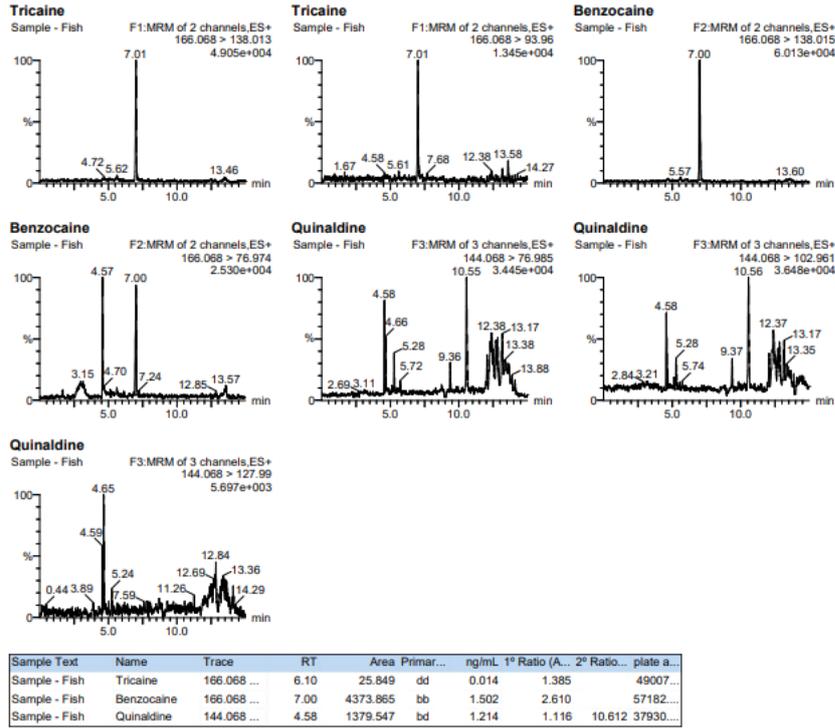
Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

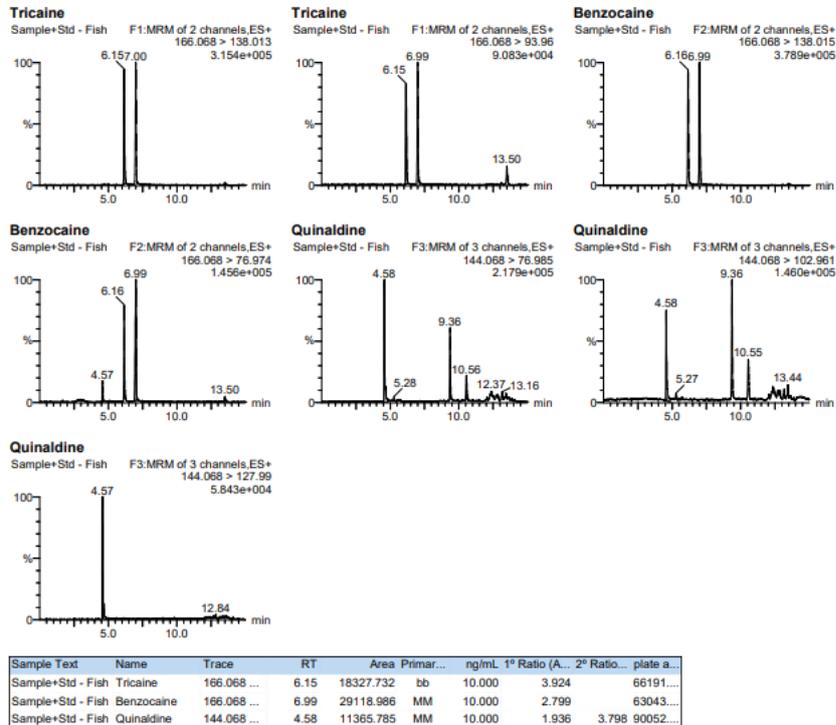
Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969





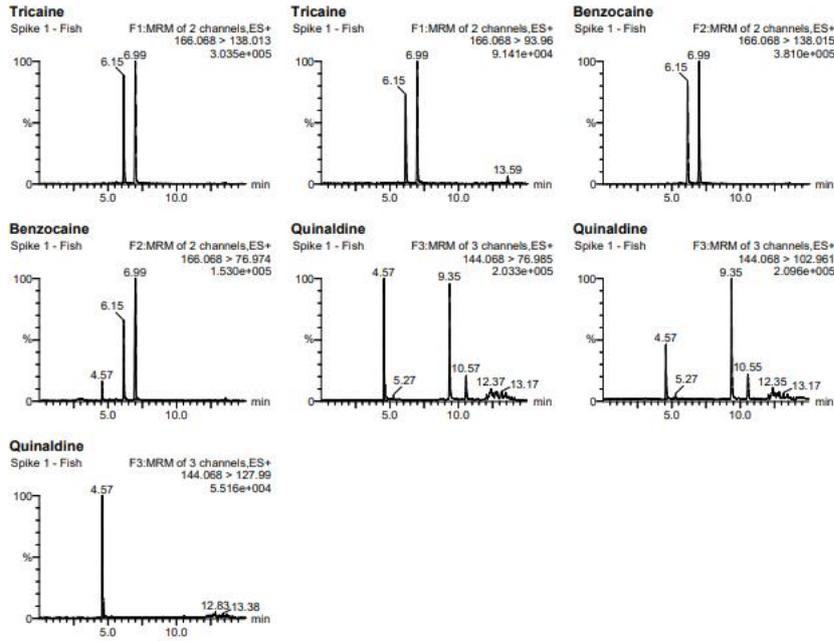
(3) 基质曲线 (Sample+Std) 溶液检测图谱



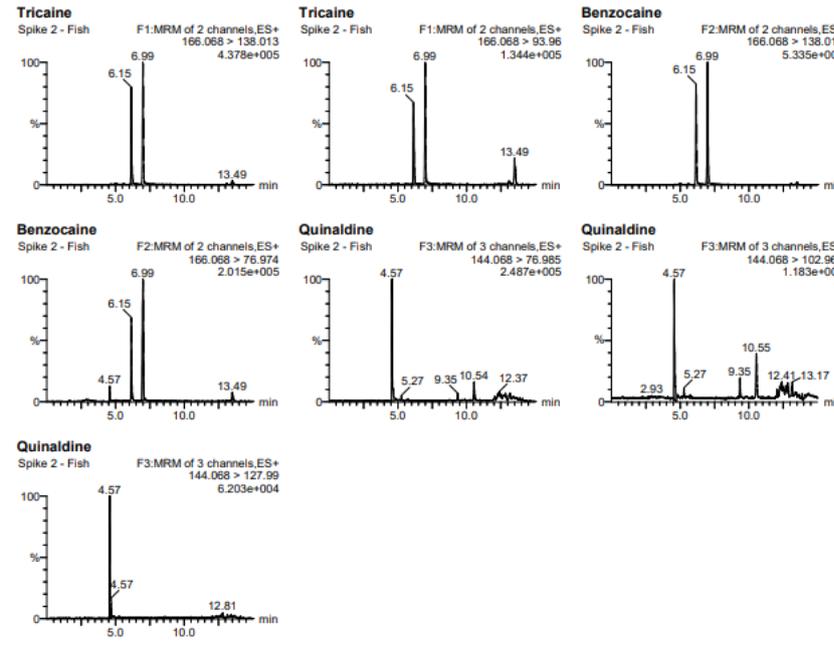
(4) 基质加标(Spike1、Spike2) 溶液检测图谱

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: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





Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Spike 1 - Fish	Tricaine	166.068 ...	6.15	16677.578	bb	9.100	3.982		62246...
Spike 1 - Fish	Benzocaine	166.068 ...	6.99	26992.828	bb	9.270	2.547		62977...
Spike 1 - Fish	Quinaldine	144.068 ...	4.57	10170.492	MM	8.948	2.189		3.657 87983...

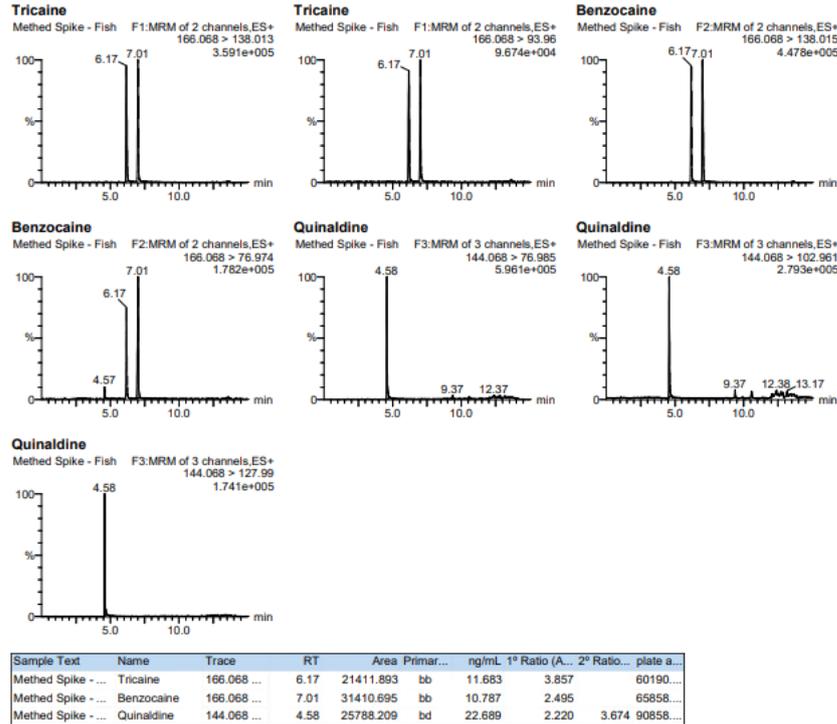


Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Spike 2 - Fish	Tricaine	166.068 ...	6.15	21667.355	bb	11.822	3.778		68766...
Spike 2 - Fish	Benzocaine	166.068 ...	6.99	37098.043	MM	12.740	2.542		64745...
Spike 2 - Fish	Quinaldine	144.068 ...	4.57	11878.001	bd	10.451	1.943		3.820 89024...

(5) 方法加标(Methed Spike)溶液溶液检测图谱

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: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





### 1.3.6.3 结果与分析

使用实验室领用 Welchrom<sup>®</sup> BRP,500 mg/6 mL SPE 小柱，以 Sample+Std 计算 基质加标回收率：三卡因回收率为：91.0 %、118.2 %；苯佐卡因回收率为：92.7 %、127.4 %；喹哪啶回收率为：89.5 %、104.5%，且以 Sample+Std 计算 10 ng/mL 混合标准溶液回收率三卡因为：176.2 %、苯佐卡因为：103.4 %、喹哪啶为：393.0 %，虽此基质基质效应较强，但基质曲线可对回收率做出较好矫正。

### 1.3.7 样品溶液配制：（鱼肉）

称取 1 g 鱼肉（精确至 0.01 g）于 50 mL 离心管中，加入磷酸盐缓冲-甲醇混合溶液 5 mL，均质器高速均浆 30 s，均质器刀头用 5 mL 磷酸盐缓冲-甲醇混合溶液清洗，将清洗液与均浆合并，涡旋 2 min 后，样品于 5000 r/min，离心 3 min，上清液转移至另一 50 mL 离心管中；在离心管剩余残渣内再加入 10 mL 磷酸盐缓冲-甲醇混合溶液，涡旋 2 min，5000 r/min 离心 5 min。将两次提取液合并，混匀，待净化。

Welchrom<sup>®</sup> BRP,500 mg/6 mL：（研发提供小柱）

活化：6 mL 甲醇、6 mL 磷酸盐-柠檬酸缓冲液；

上样：样品溶液，流速控制在 1 s/滴；

淋洗：6 mL 甲醇分两次淋洗，弃去流出液，抽至近干；

洗脱：用 6 mL 甲醇分三次洗脱，收集全部洗脱液；

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: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



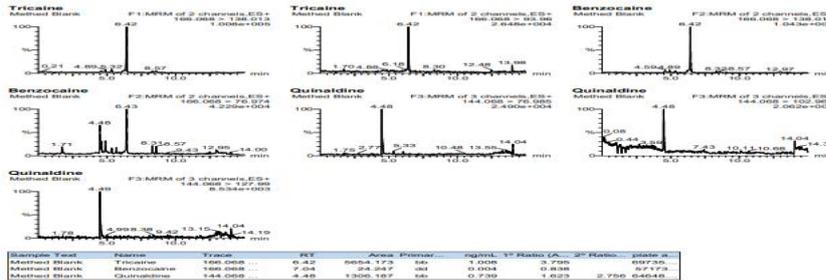
将洗脱液于 40 °C 水浴下氮吹至近干，用乙腈定容至 1 mL，混匀过 0.22 μm 尼龙滤膜，待测。

### 1.3.7.1 样品量

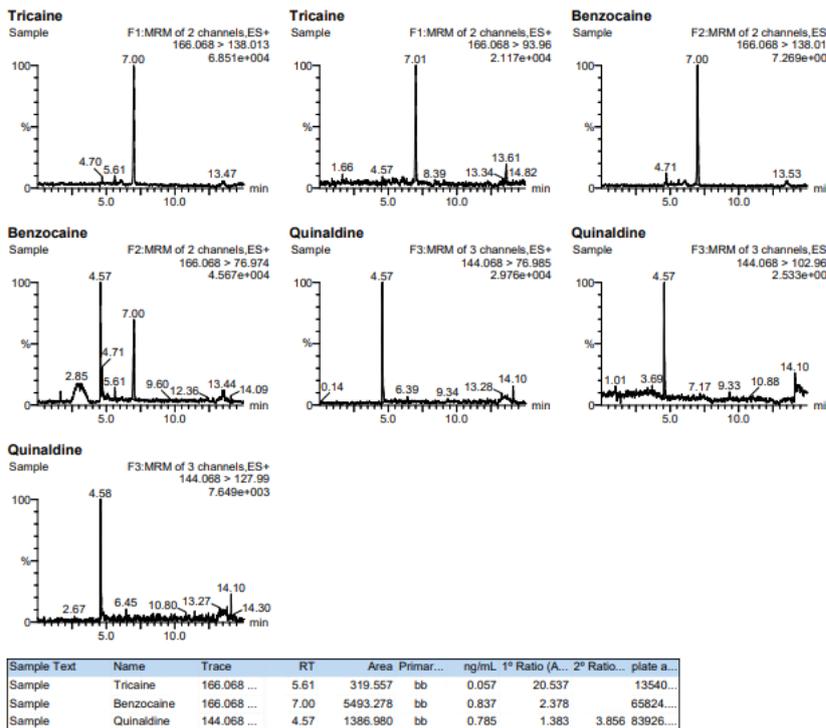
方法空白(Method Blank)、基质空白 (Sample)、基质曲线 (Sample+Std) 基质加标(Spike1、Spike2)、方法加标(Method Spike)

### 1.3.7.2 谱图和数据

#### (1) 方法空白(Method Blank)溶液检测图谱



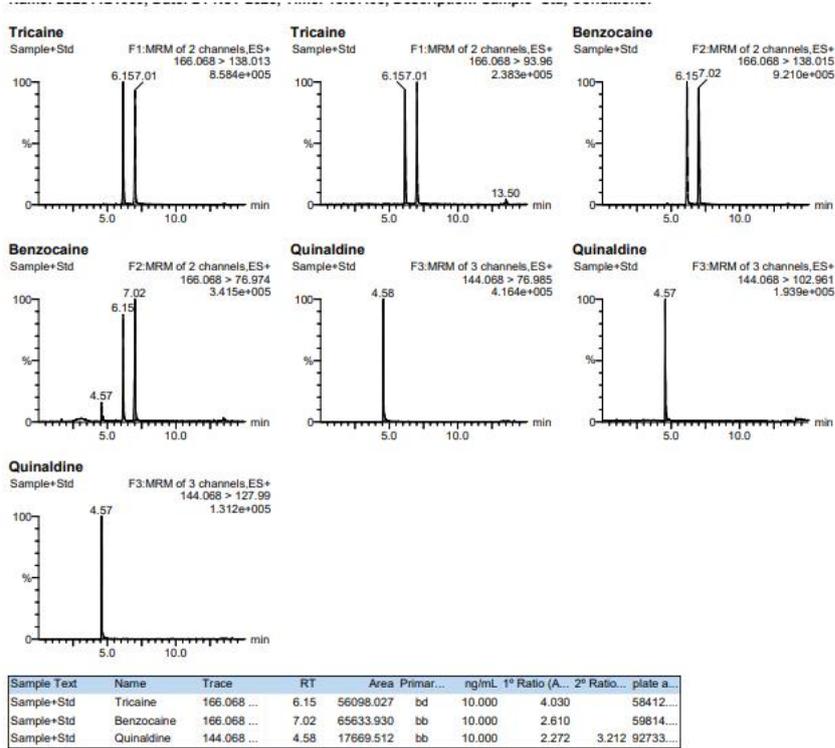
#### (2) 基质空白 (Sample) 溶液检测图谱



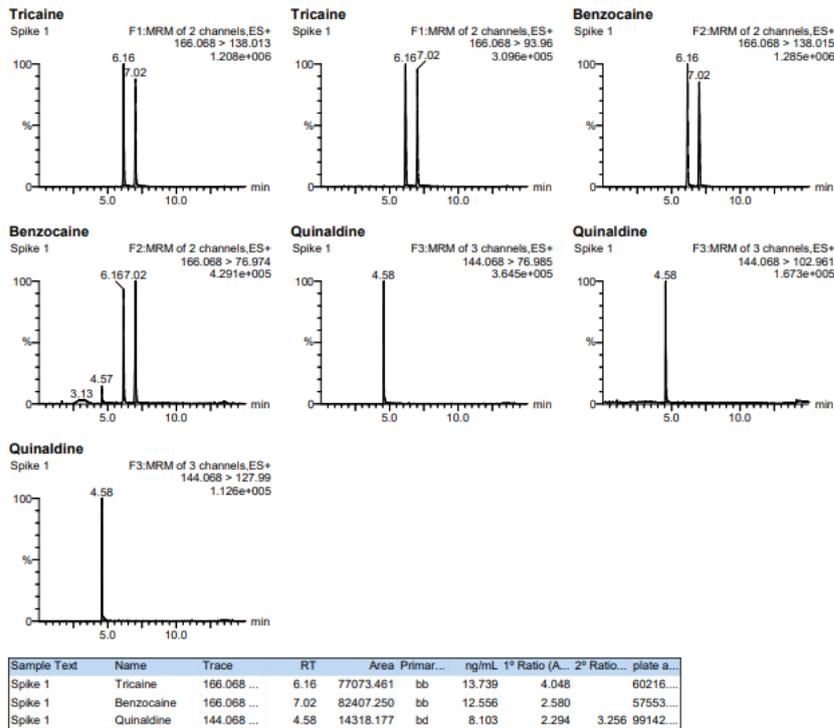
#### (3) 基质曲线 (Sample+Std) 溶液检测图谱

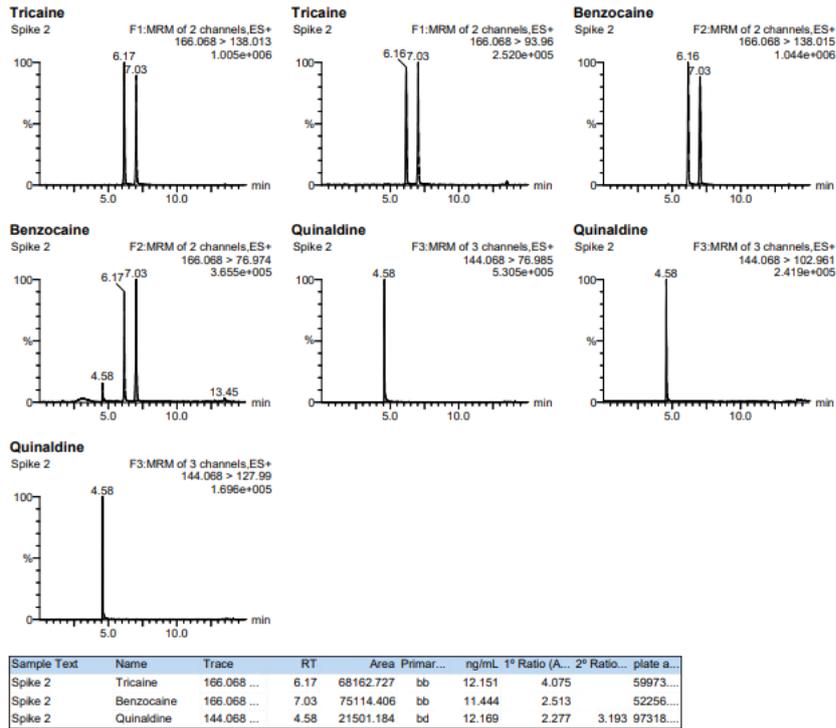


声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。  
 Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼  
 Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号  
 Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼  
 Tel:400-810-6969

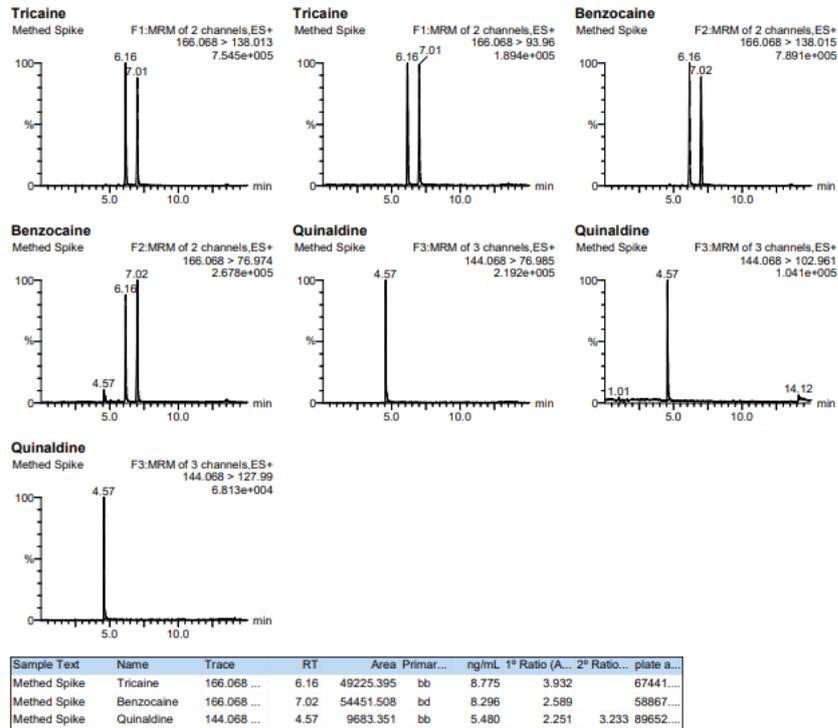


(4) 基质加标(Spike1、Spike2) 溶液检测图谱





(5) 方法加标(Methed Spike)溶液溶液检测图谱



1.3.7.3 结果与分析

使用研发提供 Welchrom<sup>®</sup> BRP,500 mg/6 mL SPE 小柱，以 Sample+Std 计算 基质加标回收率：三卡因回收率为：137.4 %、121.5 %；苯佐卡因回收率为：125.6 %、114.4 %；喹哪啶回收率为：81.0 %、121.7%。

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



## 2.结论

使用实验室领用 Welchrom® BRP,500 mg/6 mL SPE 小柱，选取均质后鱼肉为基质，以 Sample+Std 计算基质加标回收率，三卡因回收率为：91.0 %、118.2 %；苯佐卡因回收率为：92.7 %、127.4 %；喹哪啶回收率为：89.5 %、104.5%。

使用研发提供 Welchrom® BRP,500 mg/6 mL SPE 小柱，选取均质后鱼肉为基质，以 Sample+Std 计算 基质加标回收率：三卡因回收率为：137.4 %、121.5 %；苯佐卡因回收率为：125.6 %、114.4 %；喹哪啶回收率为：81.0 %、121.7%。

报告人:Chilli

审核人:Tim

日期: 2023/12/14

