

## 测试报告

样品信息			
样品名称	面包	项目编号	202230821-005
样品批号	/	样品性状	/
收样日期	2023/08/23	测试期间	2023/08/23-2023/08/25
标样信息			
名称	规格	数量	
三氯蔗糖	/	1	
实验要求			
回收率符合国标要求			
参考方法			
GB 22255-2014			
试剂信息			
试剂名称	级别	品牌	
甲醇	HPLC	月旭	
正己烷	HPLC	月旭	
乙腈	HPLC	月旭	
仪器信息			
仪器厂家	仪器型号		
Agilent	1100		

## 1. 试验过程

## 1.1. 色谱条件

色谱柱:	Ultimate XB-C18 <sup>®</sup> (4.6×150 mm,5μm)
流动相:	流动相 A:水; 流动相 B: 乙腈
流速:	1 mL/min
进样量:	20 μL
柱温:	30°C
检测器:	ELSD

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 9 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500



检测波长：	/		
洗脱程序	时间（min）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
	0	89	11
	14	89	11
	15	10	90
	22	10	90
	23	89	11
	26	89	11
注意事项	/		

## 1.2. 溶液配制

### 1.2.1. 溶液配制

75 %甲醇溶液：准确量取 75 mL 甲醇，用水定容至 100 mL，混匀待用；

11% 乙腈溶液：准确量取 11 mL 乙腈，用水定容至 100 mL，混匀待用；

### 1.2.2. 样品溶液配制

称取 1 g 试样（手撕面包基质）（精确到 0.01 g）于 50 mL 离心管中，准确加入 5 mL 水，涡旋振荡器上振荡 3 min 后加入 15 mL 甲醇，继续振荡 30 s，超声提取 20 min，以 3000 r/min 离心 10 min，将上清液移入另一 50 mL 离心管中。沉淀物加入 5 mL 75 %甲醇溶液，玻璃棒搅拌均匀后，涡旋混合器上振荡 30 s，以 3000 r/min 离心 10 min，重复提取两次，将上清液合并于 150 mL 分液漏斗中。

在分液漏斗内加入 30 mL 正己烷，振摇 2 min，静置分层，20 min 后，下层水相移至于 50 mL 蒸发皿。蒸发皿于沸水浴上蒸发，当蒸发皿中液体在 1 mL 左右时用 9 mL 水分 3 次冲洗蒸发皿，冲洗液合并置于 15 mL 离心管中，超声 5 min，3000 r/min 离心 10 min，待净化。

Welchrom® BRP 200 mg/6mL:

批次 1: 2214230719Z; 批次 2: 2214221013Y

活化：4 mL 甲醇、4 mL;

上样：待净化液;

淋洗：1 mL 水（上样液在柱上液面还剩 2 mm 时加入，弃去），抽干;

洗脱：3 mL 甲醇（收集），抽干;

浓缩：将洗脱液置于 15 mL 离心管中，60 °C 下氮吹至干，用 11% 乙腈溶液溶解并定容至 1 mL，过 0.22 μm 滤膜，待上机。

### 1.2.3. 样品量

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



批次 1：2214230719Z

基质空白-Z、基质加标 1-Z、基质加标 2-Z、方法空白-Z、方法加标-Z；

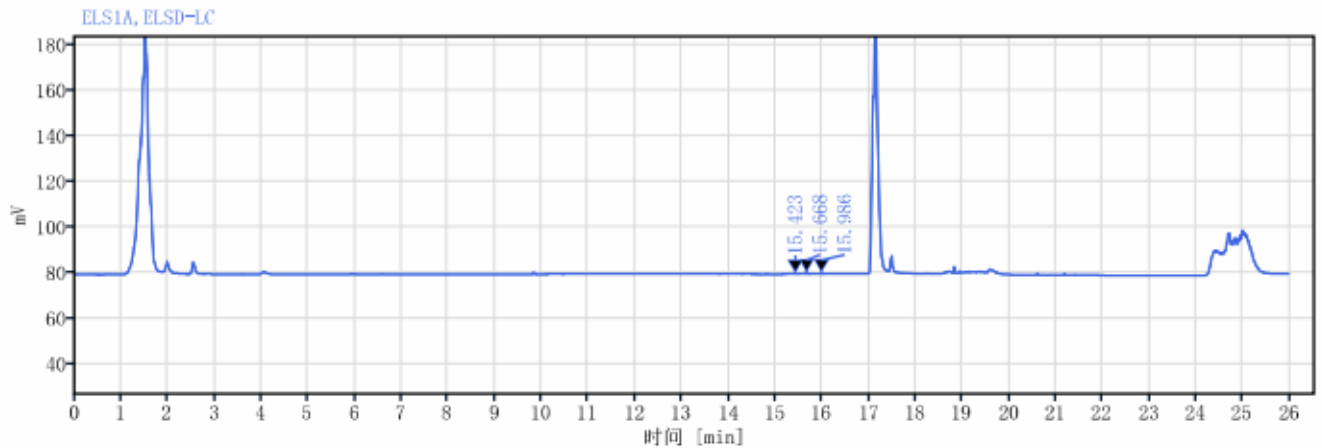
批次 2：2214221013Y

基质空白-Y、基质加标 1-Y、基质加标 2-Y、方法空白-Y、方法加标-Y；

0.1 mg/mL 三氯蔗糖标准上机溶液；

## 2. 谱图和数据

### (1) 基质空白-Z 溶液检测图谱



信号： ELS1A, ELSD-LC

峰宽 [min]	峰面积	高度	峰 分离度 USP	峰 理论塔板数 USP	峰 拖尾因子
0.13	0.89	0.74		7965774.80006	2.25272
0.11	1.06	0.97	11.47513	9120769.98559	2.24121
0.09	0.89	0.96	15.18989	9063057.27243	1.93041
总和	2.84				

### (2) 基质加标 1-Z 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

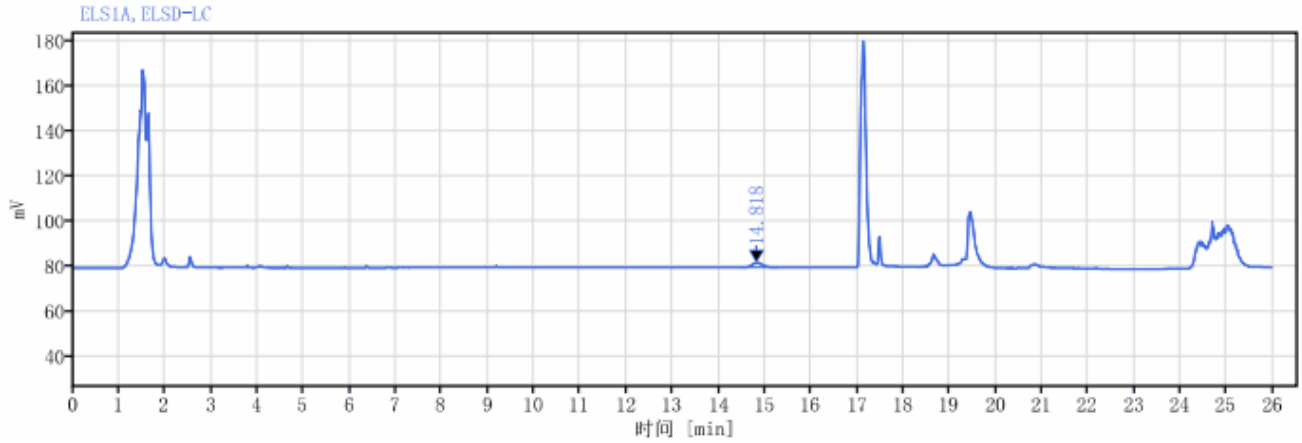
第 3 页 共 9 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500

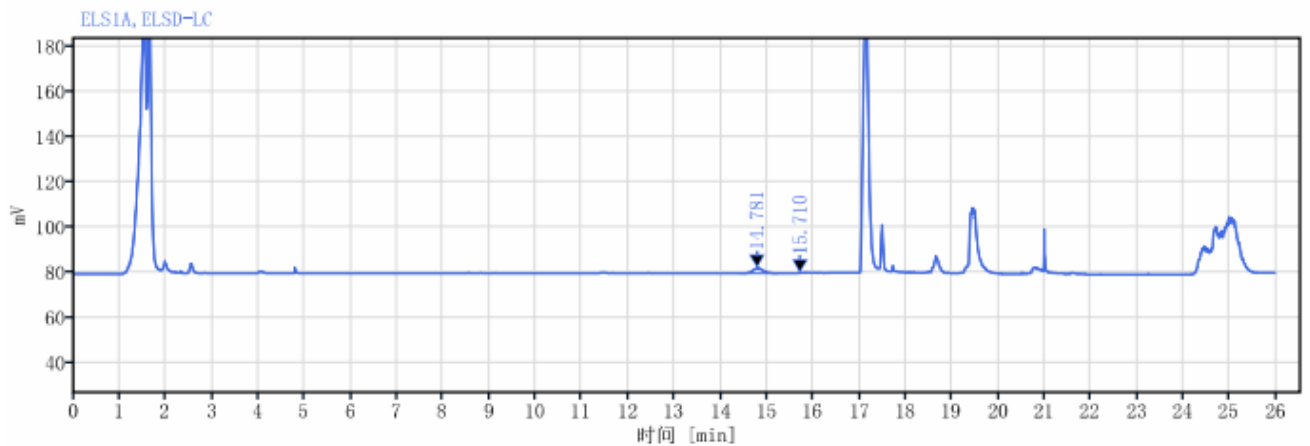




信号: ELSIA, ELSD-LC

峰宽 [min]	峰面积	高度	峰分离度 USP	峰理论塔板数 USP	峰拖尾因子
0.79	30.91	2.14		22553.70380	1.16205
总和	30.91				

(3) 基质加标 2-Z 溶液检测图谱

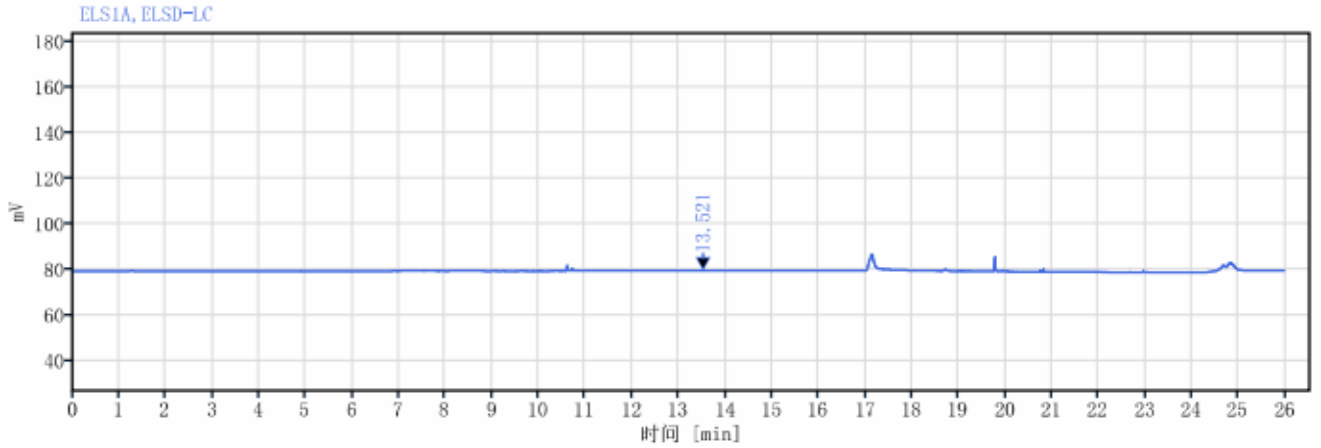


信号: ELSIA, ELSD-LC

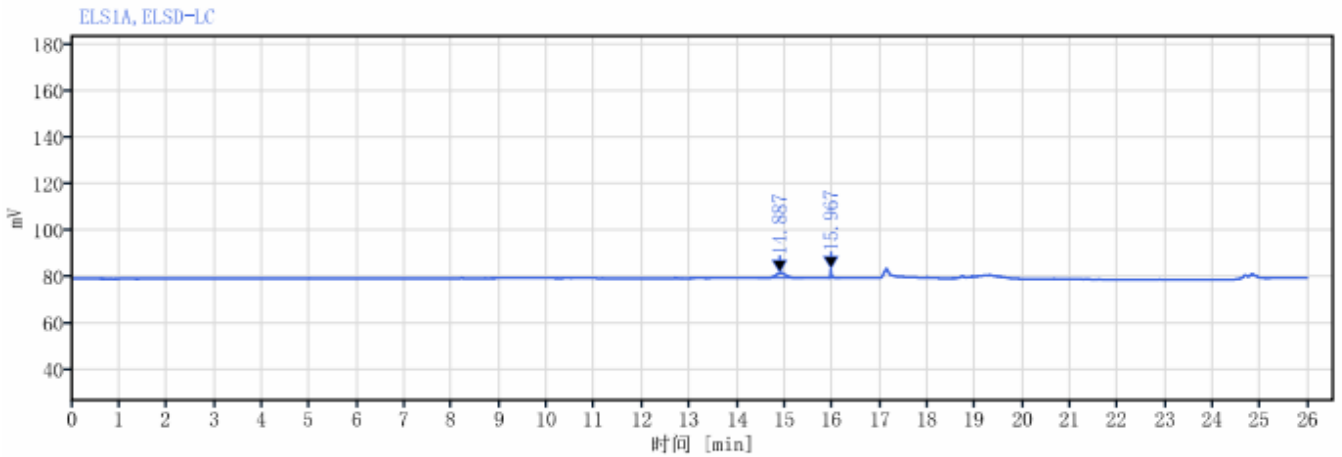
峰宽 [min]	峰面积	高度	峰分离度 USP	峰理论塔板数 USP	峰拖尾因子
0.82	33.05	2.52		25619.31960	1.20795
0.19	0.77	0.51	4.72499	7240176.21856	5.28511
总和	33.82				

(4) 方法空白-Z 溶液检测图谱





(5) 方法加标-Z 溶液检测图谱

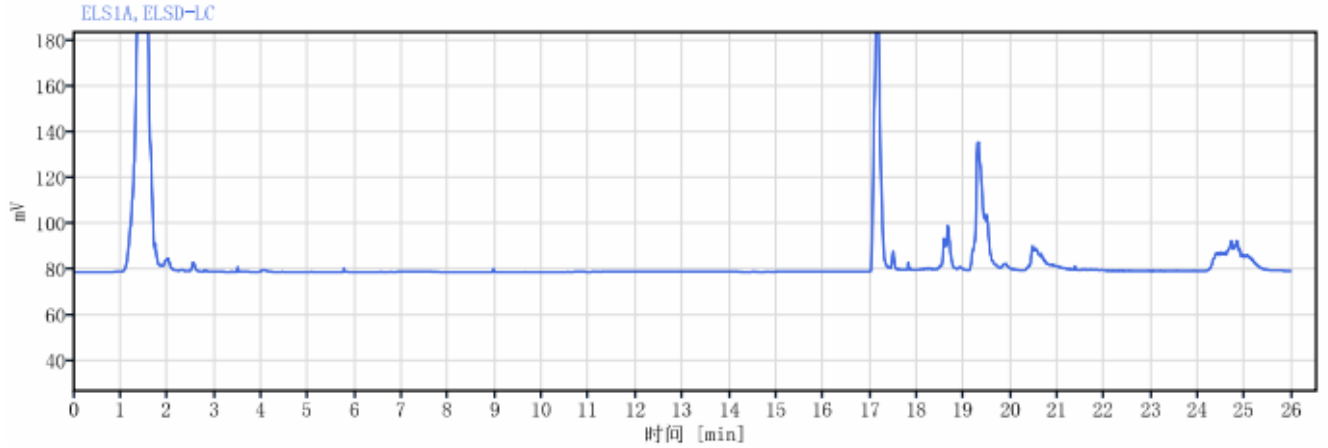


信号: ELSIA, ELSD-LC

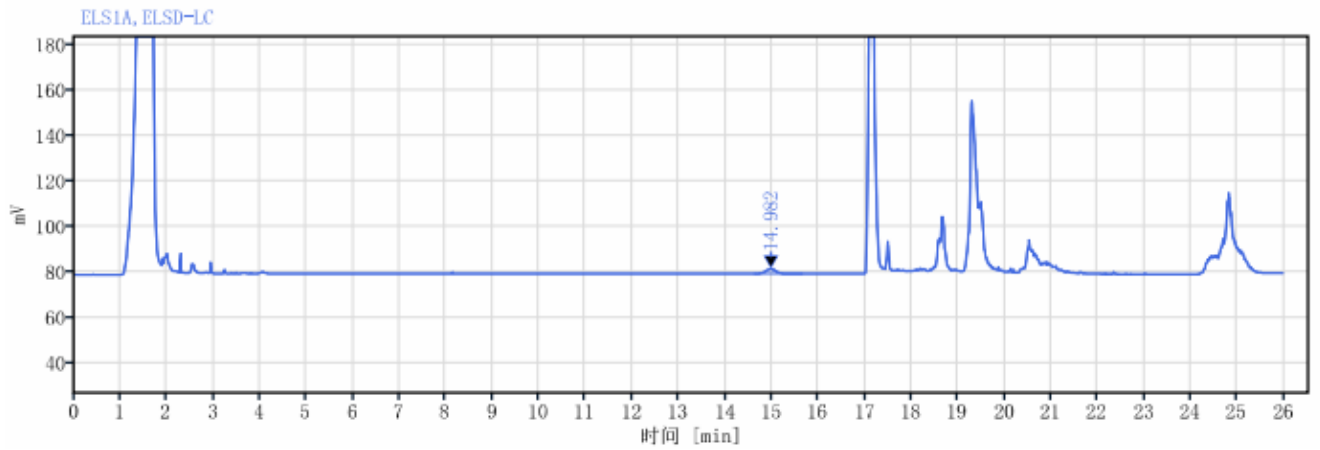
峰宽 [min]	峰面积	高度	峰分离度 USP	峰理论塔板数 USP	峰拖尾因子
0.96	32.59	2.27		22639.44781	1.24207
0.25	4.41	3.79	5.18641	8688548.50016	2.64250
总和	37.00				

(6) 基质空白-Y 溶液检测图谱





(7) 基质加标 1-Y 溶液检测图谱

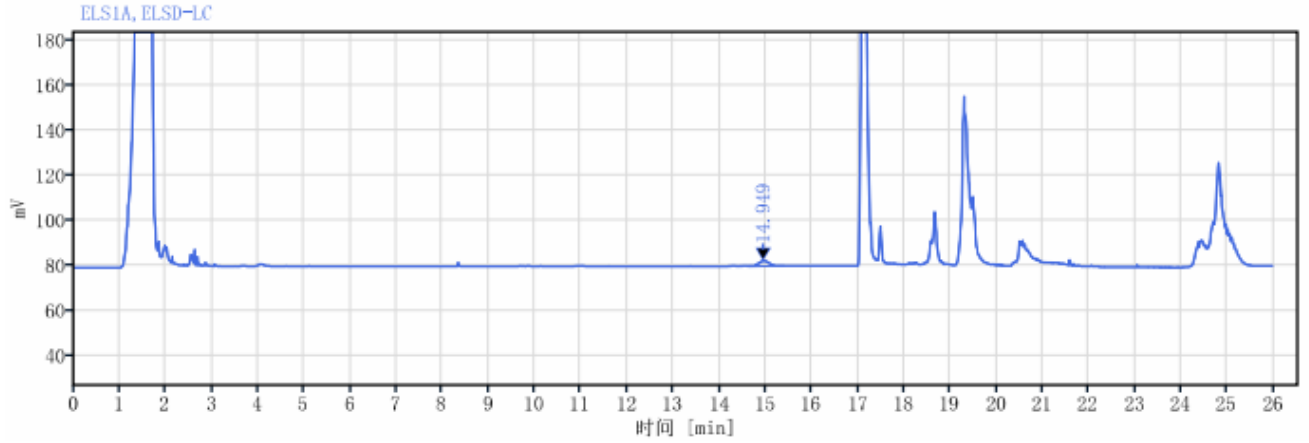


信号: ELS1A, ELSD-LC

峰宽 [min]	峰面积	高度	峰分离度 USP	峰理论塔板数 USP	峰拖尾因子
1.03	30.78	2.31		21166.72282	0.98261
总和	30.78				

(8) 基质加标 2-Y 溶液检测图谱

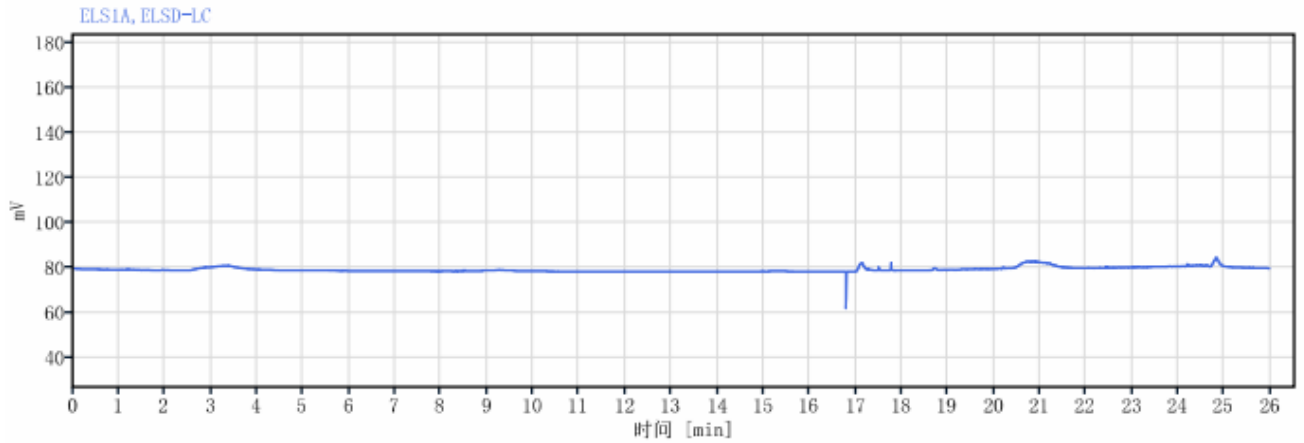




信号: ELS1A, ELSD-LC

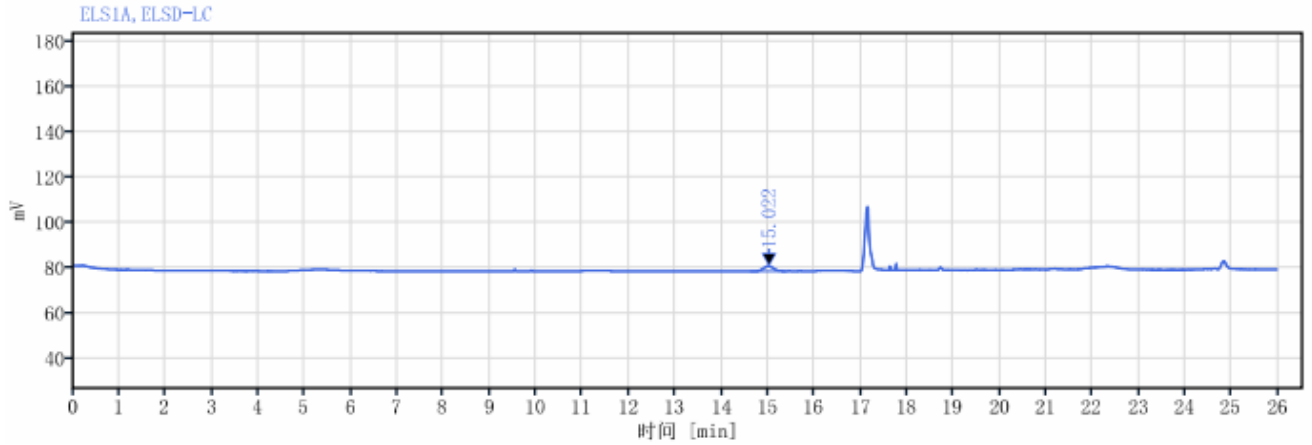
峰宽 [min]	峰面积	高度	峰 分离度 USP	峰 理论塔板数 USP	峰 拖尾因子
0.77	36.52	2.51		21828.82573	1.18636
总和	36.52				

(9) 方法空白-Y 溶液检测图谱



(10) 方法加标-Y 溶液检测图谱

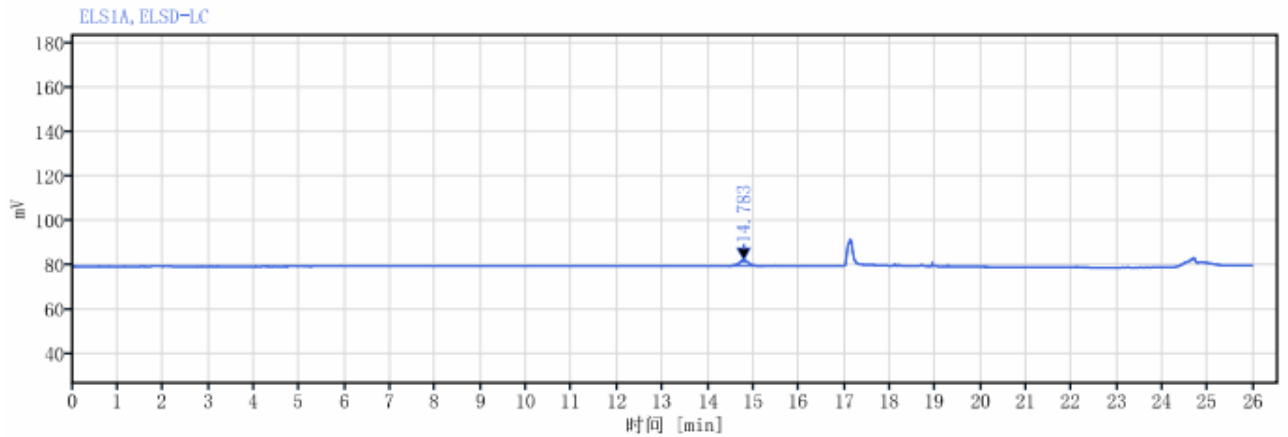




信号: ELS1A, ELSD-LC

峰宽 [min]	峰面积	高度	峰 分离度 USP	峰 理论塔板数 USP	峰 拖尾因子
0.76	34.44	2.42		25902.51226	1.02140
总和	34.44				

(11) 0.1 mg/mL 三氯蔗糖标准上机溶液检测图谱



信号: ELS1A, ELSD-LC

峰宽 [min]	峰面积	高度	峰 分离度 USP	峰 理论塔板数 USP	峰 拖尾因子
0.79	34.51	2.46		24934.97857	1.00201
总和	34.51				

### 3. 结论

使用月旭 Ultimate XB-C18<sup>®</sup> (4.6×150 mm,5μm) 色谱柱、Welchrom<sup>®</sup> BRP 200 mg/6mL SPE 柱净化样品后, 批次 1: 2214230719Z 回收率为 89.6 %、95.8 %; 批次 2: 2214221013Y 回收率为: 89.2 %、105.8 %满足回收率要求。





报告人:Chilli

审核人:Tim

日期: 2023/08/25



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

