

测试报告

样品信息			
样品名称	橙汁	编号	SHZ-20230327-002
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2023/03/27	测试期间	2023/03/28-2023/03/30
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	匹克硫酸钠		
参考标准			
参考标准	BJS 202213	标样	有
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱串联质谱仪	仪器型号	Xevo TQ-S micro

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Xtimate® UHPLC C18 2.1×100mm, 1.8μm		
流动相:	时间	流动相 A: (10mmol/L 乙酸铵溶 液) %	流动相 B: (乙 腈) %
	0.00	85	15
	10.00	85	15
柱温:	35 °C		
流速:	0.3 mL/min		
进样量:	5 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：10mmol/L 乙酸铵溶液（称取 0.77g 乙酸铵，加水定容至 1000mL）

流动相 B：色谱级乙腈

● 质谱条件：

离子源：ESI

检测方式：MRM

干燥气：氮气，600℃，流速：900L/Hr

碰撞气：氩气

离子喷雾电压：2kV

名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	Cone (V)	Collision (V)	Polarity
匹可硫酸钠	438.0	114.0	54	22	Positive
		184.1		28	
		278.1		22	
		340.8		14	
		358.0		16	

● 样品溶液的配置 1：

样品溶液：称取 1 g 样品（精确到 0.001 g）于 50 mL 离心管中，准确加入水 35mL，涡旋混匀 30min，80℃水浴 15 min，取出后冷却至室温后将溶液转移至 50mL 容量瓶中，用 5mL 水洗涤上述离心管，合并洗涤液至容量瓶中，加入 5mL 1%三氯乙酸溶液，用水定容至刻度，摇匀，转移至 50mL 离心管中，然后于 8000 r/min 离心 5 min，上清液备用。

PA 固相萃取柱（1g，6mL），用 10 mL 水活化。

取 10mL 备用液过柱，弃去。

水 10 mL、70%甲醇水 15mL 淋洗，弃去。

20mL 洗脱溶液（无水乙醇：氨水：水=7：2：1），洗脱并收集。

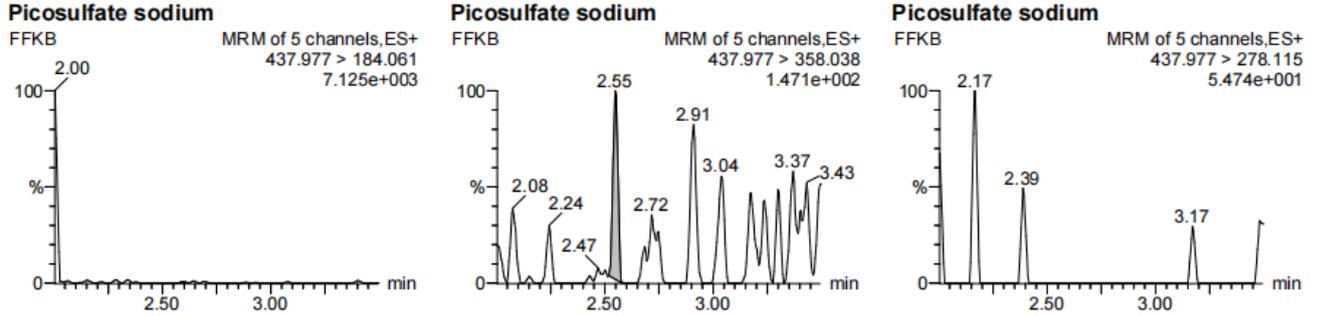
洗脱液用水定容至 5mL，过 0.22 μ m 滤膜，上机分析。

谱图和数据



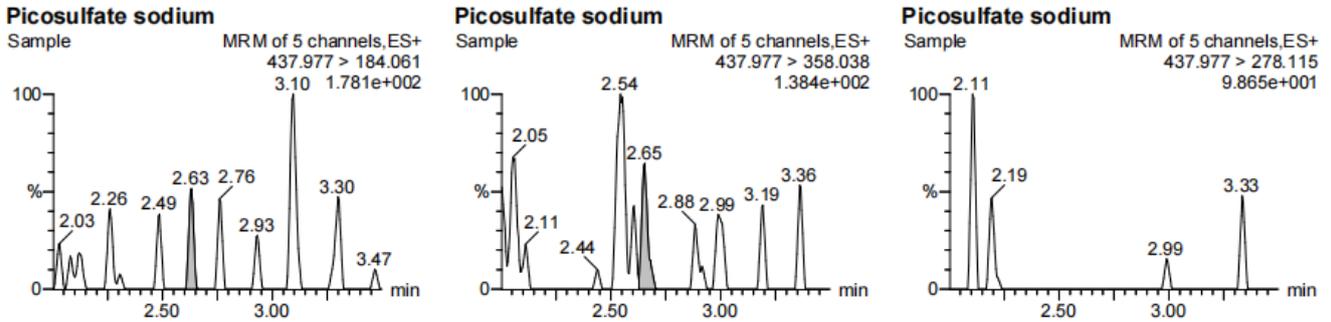
(1) 空白

Name: 20220328011, Date: 30-Mar-2023, Time: 11:11:08, Description: FFKB, Conditions:



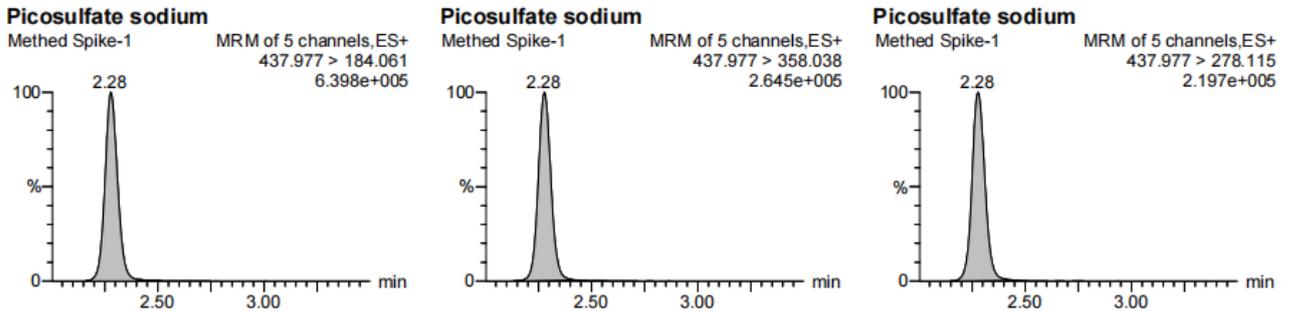
Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
FFKB	Picosulfate so...	437.977 ...	2.60	1.605	bd	0.004	0.427		10273...

(2) 样品溶液



Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Sample	Picosulfate so...	437.977 ...	2.63	2.329	bb	0.005	0.823		71800...

(3) 100 ng/mL 基质曲线

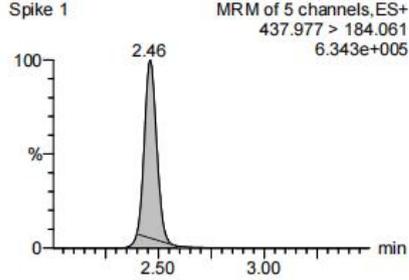


Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Methed Spike-1	Picosulfate so...	437.977 ...	2.28	44083.602	MM	100.000	2.442	2.870	7985.29

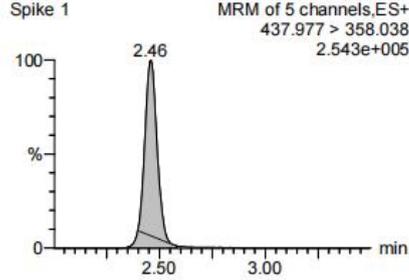
(4) 样品加标,100 ng/mL。



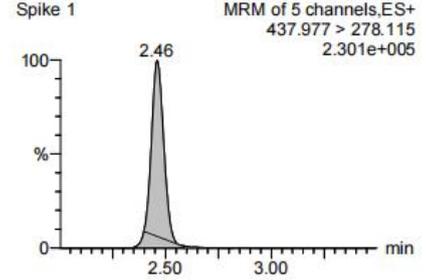
Picosulfate sodium



Picosulfate sodium



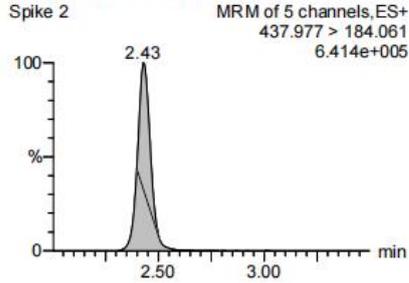
Picosulfate sodium



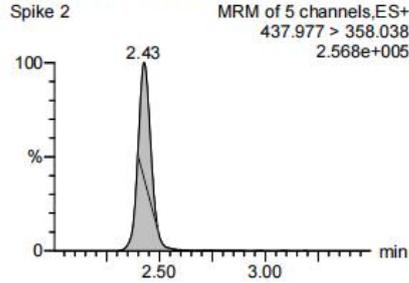
Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Spike 1	Picosulfate so...	437.977 ...	2.46	45010.559	MM	102.103	2.503	2.739	8404.15

Name: 20220328009, Date: 30-Mar-2023, Time: 10:49:28, Description: Spike 2, Conditions:

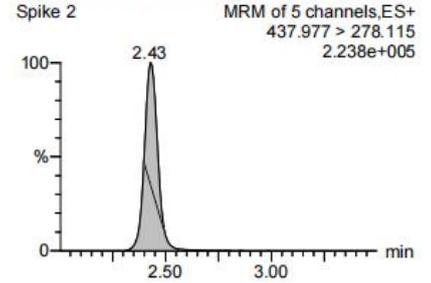
Picosulfate sodium



Picosulfate sodium



Picosulfate sodium



Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Spike 2	Picosulfate so...	437.977 ...	2.43	45346.297	MM	102.864	2.477	2.811	8381.64

● 结论:

使用月旭 Xtimate® UHPLC C18 2.1×100mm, 1.8μm 检测食品中匹可硫酸钠回收率为 102.1%、102.9%，样品回收率满足要求。

日期: 2023/03/31

