

测试报告

样品信息			
样品名称	饲料	编号	SHZ-20230131-006
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2023/03/13	测试期间	2023/03/13-2023/03/15
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	纽甜、阿力甜、阿斯巴甜、甜蜜素、糖精钠		
参考标准			
参考标准	NY/T 3473-2019	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 Ultimate® UHPLC AQ-C18 2.1×100mm, 1.8μm		
流动相:	时间	流动相 A: (0.1%甲酸水溶液) %	流动相 B: (0.1%甲酸乙腈溶液) %
	0.00	95	5
	1.00	95	5
	7.00	5	95
	7.10	95	5
10.00	95	5	
柱温:	40 °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：0.1%甲酸水溶液（取 100 μ L 甲酸，加水定容至 100mL）

流动相 B：0.1%甲酸乙腈溶液（取 100 μ L 甲酸，加乙腈定容至 100mL）

● 质谱条件：

离子源：ESI

检测方式：MRM

干燥气：氮气，300 $^{\circ}$ C，流速：1100L/Hr

碰撞气：氦气

离子喷雾电压：2.5kV

名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	Cone (V)	Collision (V)	Polarity
纽甜	377.1	200.1	46	16	Negative
		345.2		12	
阿力甜	330.1	87.1	40	32	Negative
		167.1		22	
		312.1		12	
阿斯巴甜	293.1	200.1	44	18	Negative
		261.1		12	
甜蜜素	178.1	80.0	62	24	Negative
		178.1		22	
糖精钠	182.1	105.9	64	16	Negative
		182.1		18	

● 样品溶液的配置：

样品溶液：称取 2 g 样品（精确到 0.001 g）于 50 mL 离心管中准确加入 0.2 %甲酸水溶液

19mL 和饱和乙酸铅溶液 1 mL，充分振荡 15 min，超声提取 15 min，然后于 7000 r/min 离心 10 min，上清液备用。

BRP 固相萃取柱（60 mg，3 mL），用 3 mL 乙腈，0.2 %甲酸溶液活化。

取 3 mL 备用液过柱，弃去。



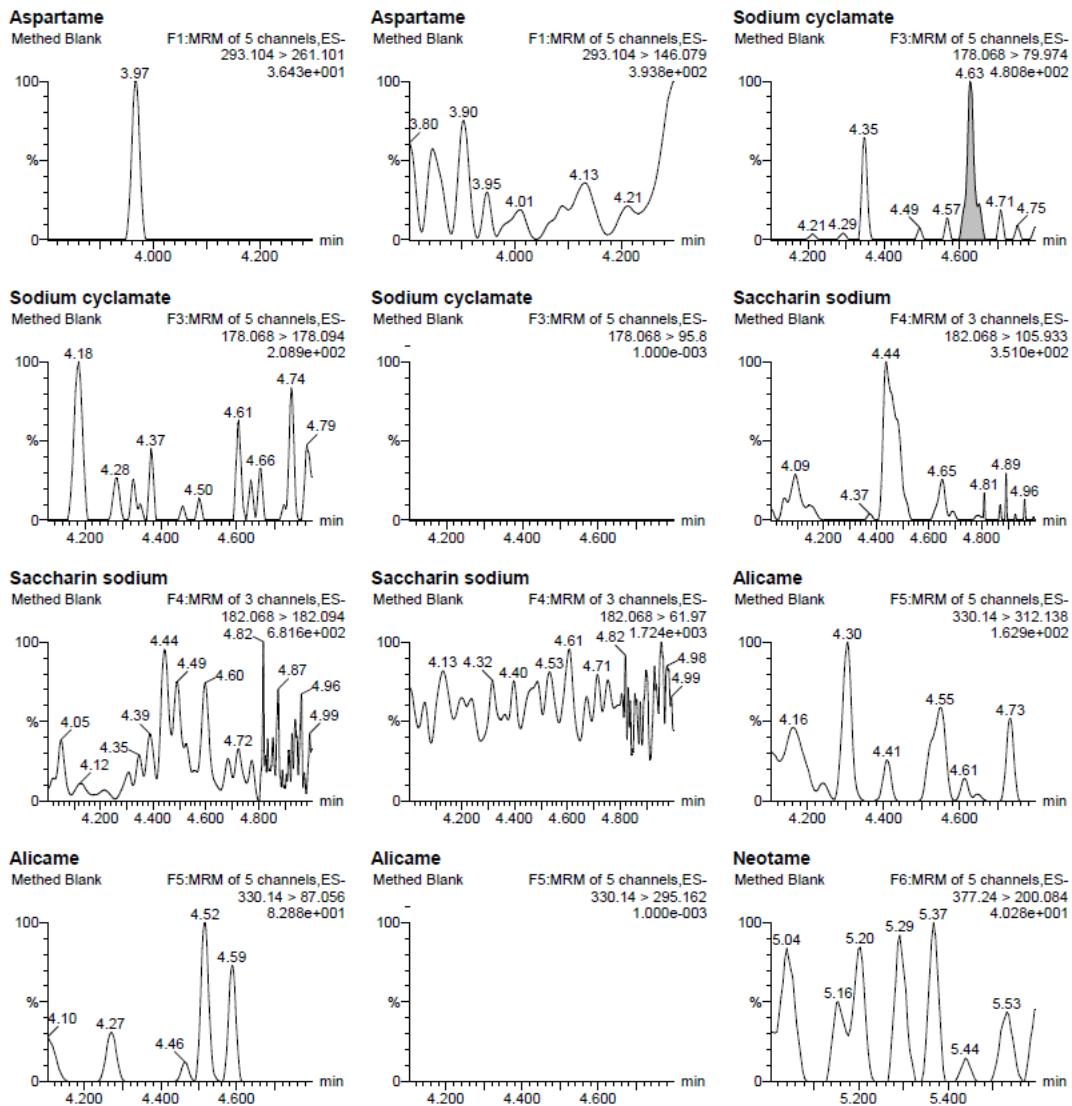
0.2 %甲酸溶液 3 mL 淋洗，弃去，抽干。

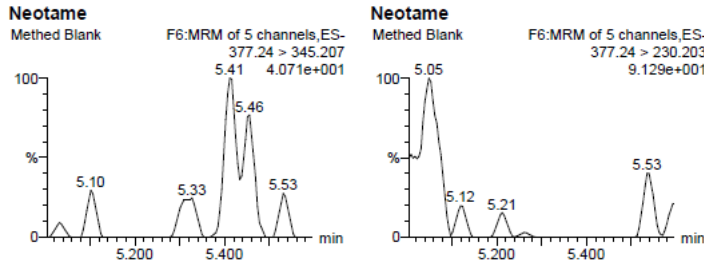
6 mL 乙腈，洗脱并收集。

洗脱液于 50℃氮吹至干，准确加入 0.2 %甲酸水溶液 3 mL 溶解，过 0.22 μm 滤膜，上机分析。

谱图和数据

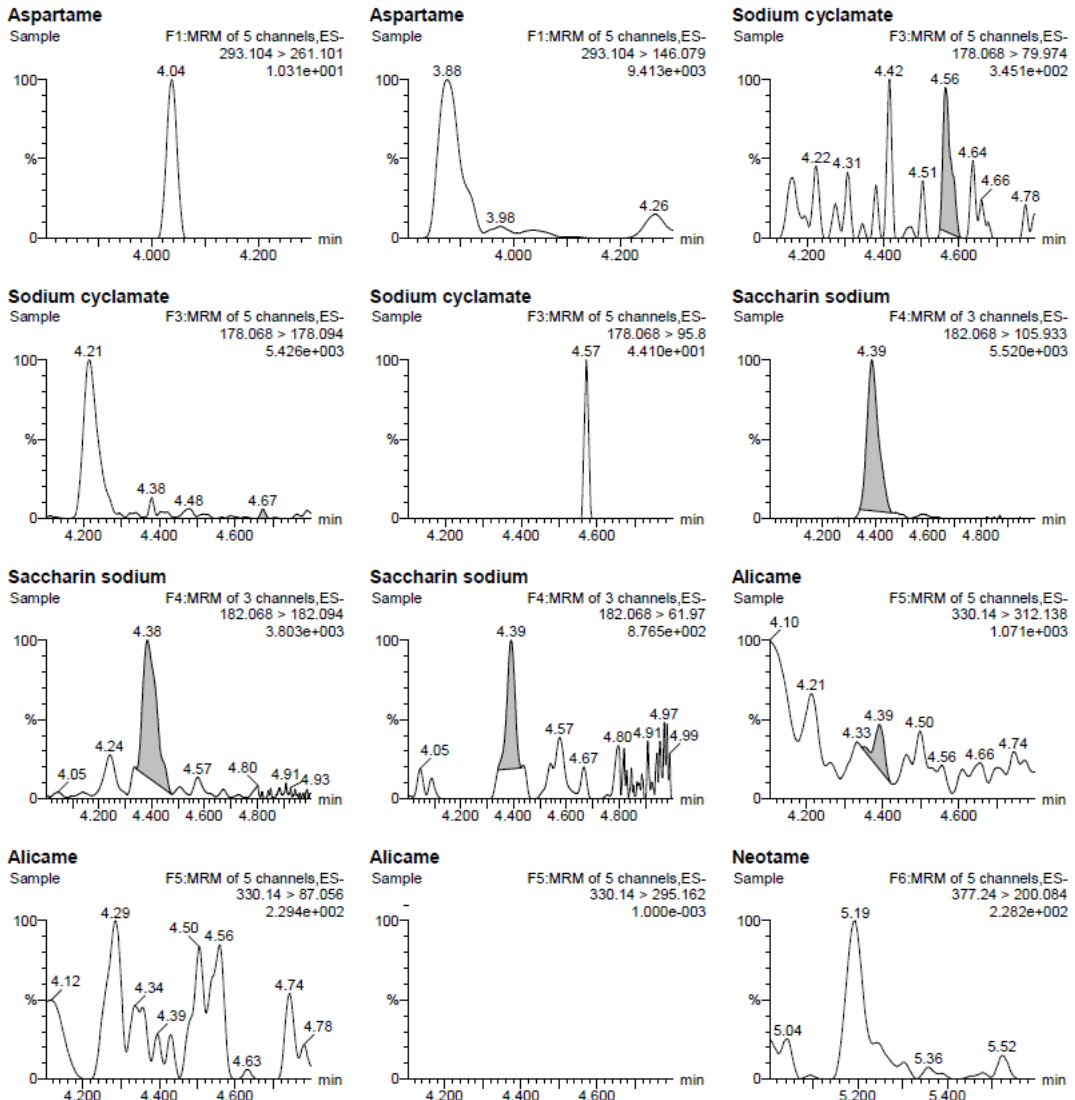
(1) 空白

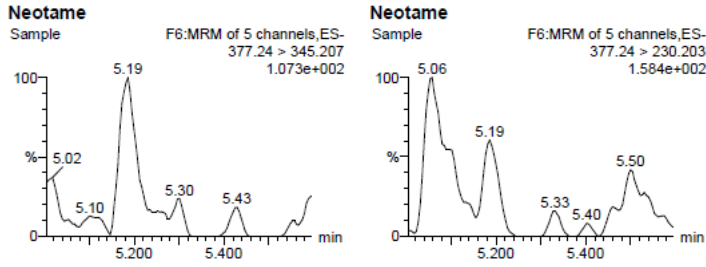




Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	%Dev	1° Ratio (A...	2° Ratio (A...
Methed Blank	Aspartame	293.104 > 261.101							
Methed Blank	Sodium cyclamate	178.068 > 79.974	4.63	11.447	bb	0.009			
Methed Blank	Saccharin sodium	182.068 > 105.933							
Methed Blank	Alicame	330.14 > 312.138							
Methed Blank	Neotame	377.24 > 200.084							

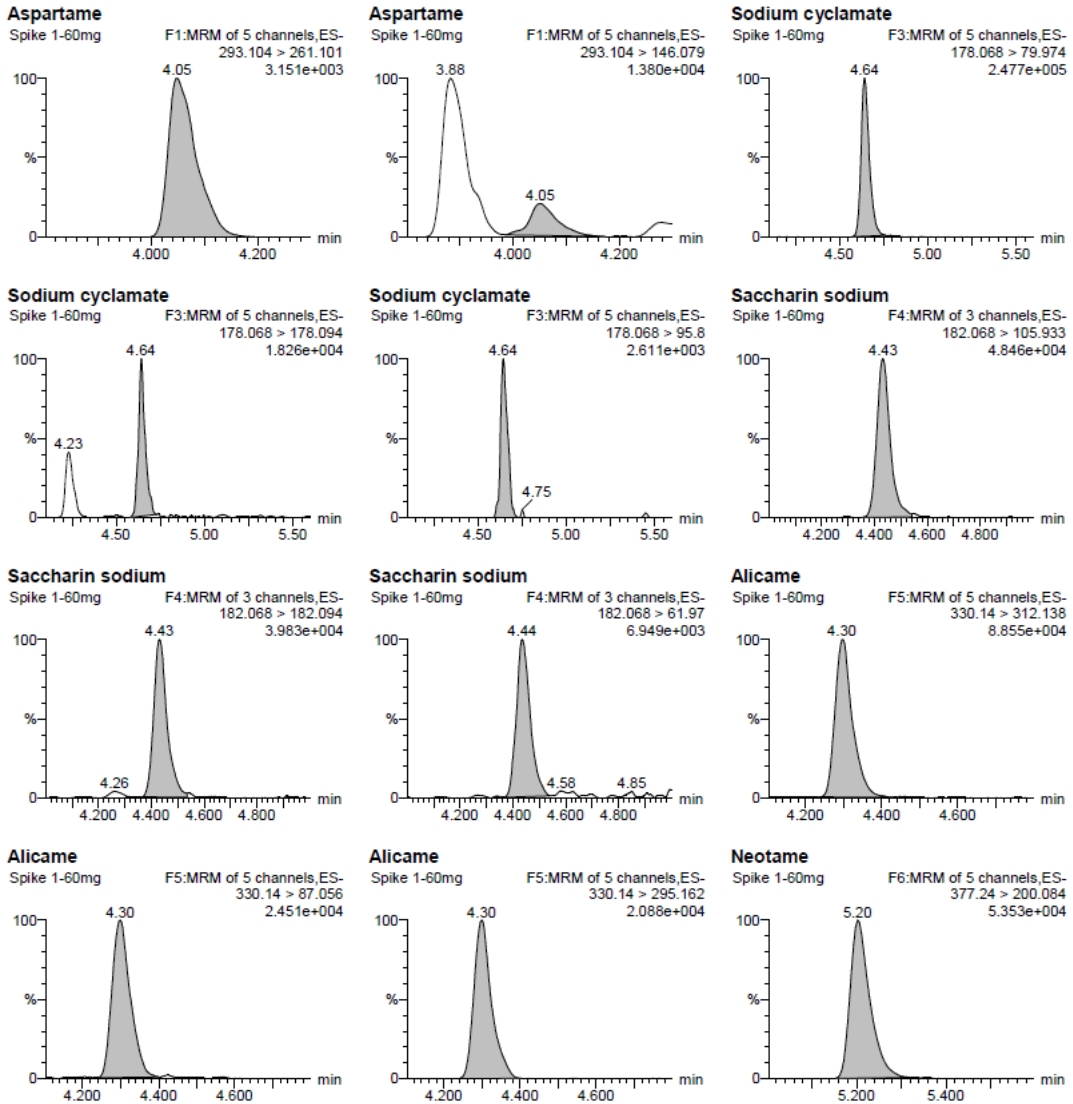
(2) 样品溶液

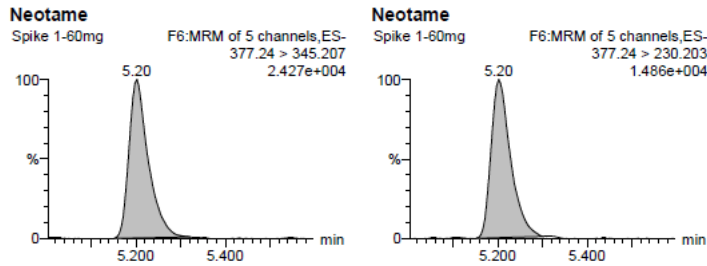




Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	%Dev	1° Ratio (A...	2° Ratio (A...
Sample	Aspartame	293.104 > 261.101							
Sample	Sodium cyclamate	178.068 > 79.974	4.56	7.774	bb	0.006		1.750	
Sample	Saccharin sodium	182.068 > 105.933	4.39	261.544	bb	0.935		1.338	10.480
Sample	Alicame	330.14 > 312.138	4.39	8.993	bb	0.020			
Sample	Neotame	377.24 > 200.084							

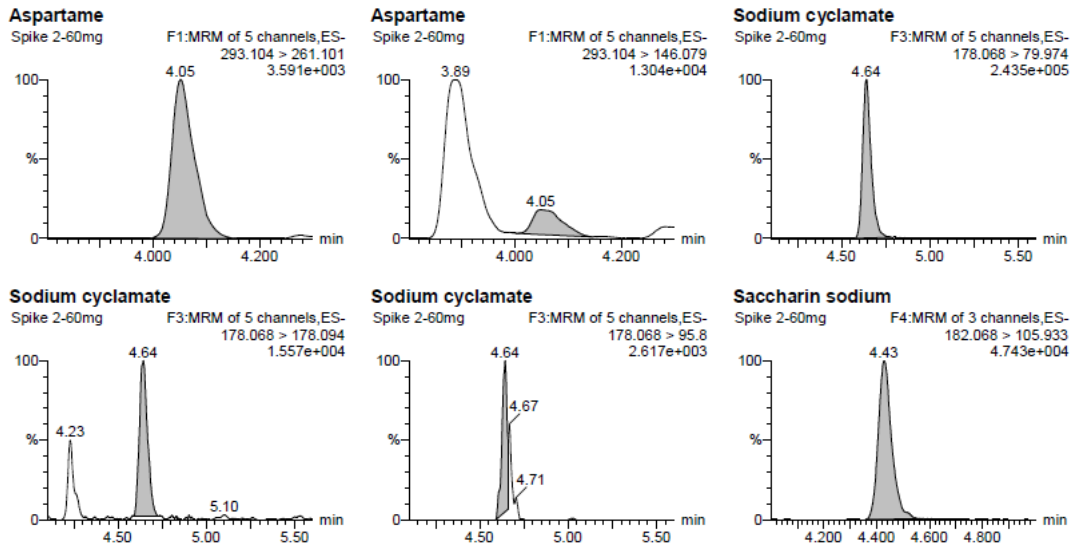
(3) 10 ng/mL 基质曲线

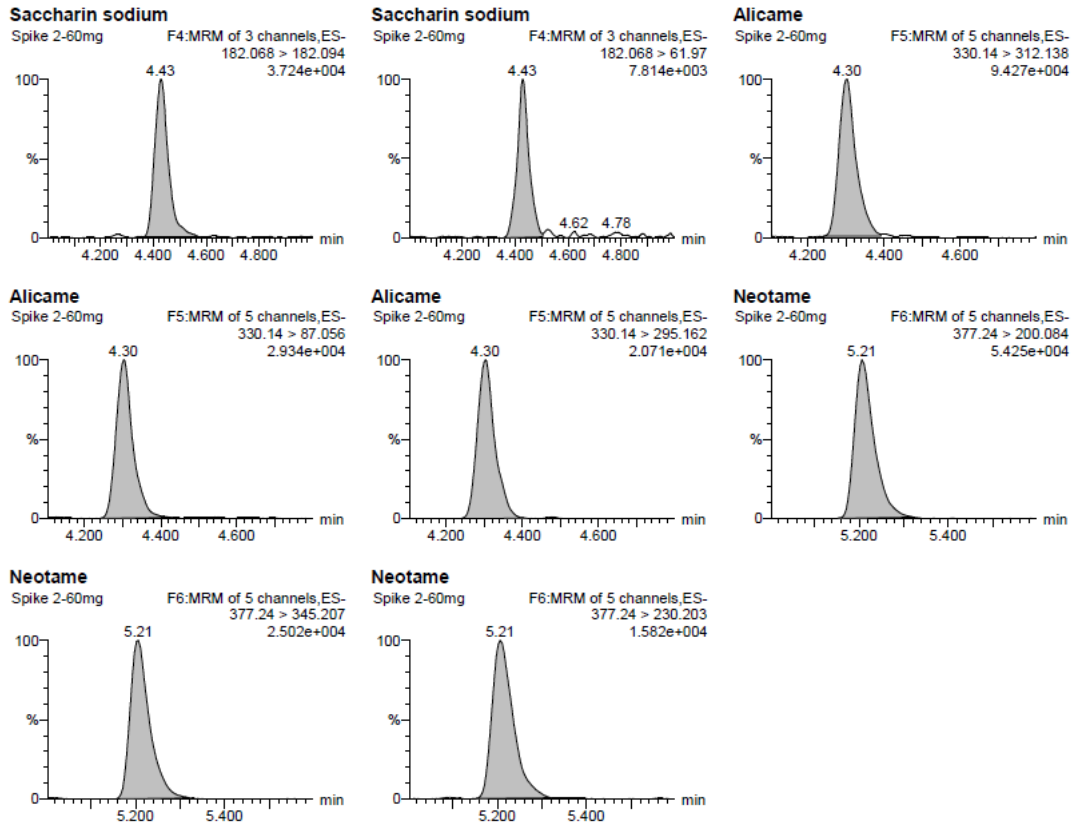




Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	%Dev	1° Ratio (A...	2° Ratio (A...
Spike 1-60mg	Aspartame	293.104 > 261.101	4.05	191.294	bb	10.000	0.0	1.154	
Spike 1-60mg	Sodium cyclamate	178.068 > 79.974	4.64	13146.497	bb	10.000	0.0	16.812	110.651
Spike 1-60mg	Saccharin sodium	182.068 > 105.933	4.43	2798.346	bd	10.000	0.0	1.219	6.776
Spike 1-60mg	Alicame	330.14 > 312.138	4.30	4607.418	bb	10.000	0.0	3.434	4.177
Spike 1-60mg	Neotame	377.24 > 200.084	5.20	2683.720	bb	10.000	0.0	2.232	3.626

(4) 样品加标, 10 ng/mL。





Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	%Dev	1° Ratio (A...	2° Ratio (A...
Spike 2-60mg	Aspartame	293.104 > 261.101	4.05	175.200	bb	9.159		1.349	
Spike 2-60mg	Sodium cyclamate	178.068 > 79.974	4.64	13332.914	bb	10.142		16.543	163.872
Spike 2-60mg	Saccharin sodium	182.068 > 105.933	4.43	2746.995	bb	9.816		1.250	6.865
Spike 2-60mg	Alicame	330.14 > 312.138	4.30	4875.314	bd	10.581		3.289	4.439
Spike 2-60mg	Neotame	377.24 > 200.084	5.21	2732.317	bb	10.181		2.199	3.197

● 结论:

使用月旭 Ultimate® UHPLC AQ-C18 2.1×100mm, 1.8μm 检测饲料中纽甜、阿力甜、阿斯巴甜、甜蜜素、糖精钠回收率为 101.8%、105.8%、91.6%、101.4%、98.2%，样品回收率满足要求。

日期: 2023/03/17

