

测试报告

样品信息			
样品名称	虾仁	编号	SHZ-20230112-001
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2023/01/12	测试期间	2023/01/12-2023/01/17
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	安眠酮		
参考标准			
参考标准	GB 31656.5-2021	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 XB-Phenyl 2.1×100mm, W-Port, 1.8μm		
流动相:	时间	流动相 A: (0.1%甲酸水溶液) %	流动相 B: (甲醇) %
	0.00	50	50
	1.00	50	50
	1.10	5	95
	8.00	5	95
	8.10	50	50
12.00	50	50	
柱温:	25 °C		
流速:	0.25 mL/min		
进样量:	5 μL		
注意事项	本次测试采用基质曲线, 建议采用内标法。		



● 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：色谱级甲醇。

● 质谱条件：

离子源：ESI

检测方式：MRM

干燥气：氮气，350 $^{\circ}$ C，流速：1000L/Hr

碰撞气：氩气

离子喷雾电压：1.0kV

名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	Cone (V)	Collision (V)	Polarity
安眠酮	251.1	65.0	14	62	Positive
		91.0		42	
		132.0		30	

● 样品溶液的配置：

样品溶液：称取 5.0 g 样品（精确到 0.05 g）于 50 mL 离心管中，加 3 mL 水，涡旋混合 30 s，加 15 mL 正己烷，振荡提取 3 min，超声提取 5 min，4500 r/min，离心 7 min，取正己烷层至 25 mL 容量瓶；残渣再加正己烷 8 mL，重复提取一次，合并正己烷层，并用正己烷定容至刻度，混匀，备用。

Silica 固相萃取柱（500 mg，3 mL），用 5 mL 丙酮，5 mL 正己烷活化。

备用液过柱，弃去。

用 5 mL 乙醚-正己烷混合溶液（15%），淋洗，弃去，抽干。

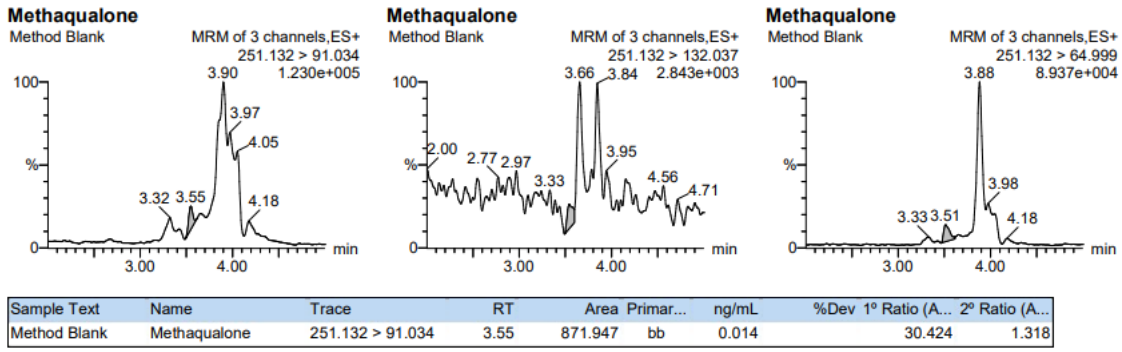
8 mL 乙醚-正己烷混合溶液（50%），洗脱并收集。

洗脱液于 40 $^{\circ}$ C 氮吹至干，准确加入 1.00mL 甲醇水溶液（50%）溶解残余物，过 0.22 μ m 滤膜，上机分析。

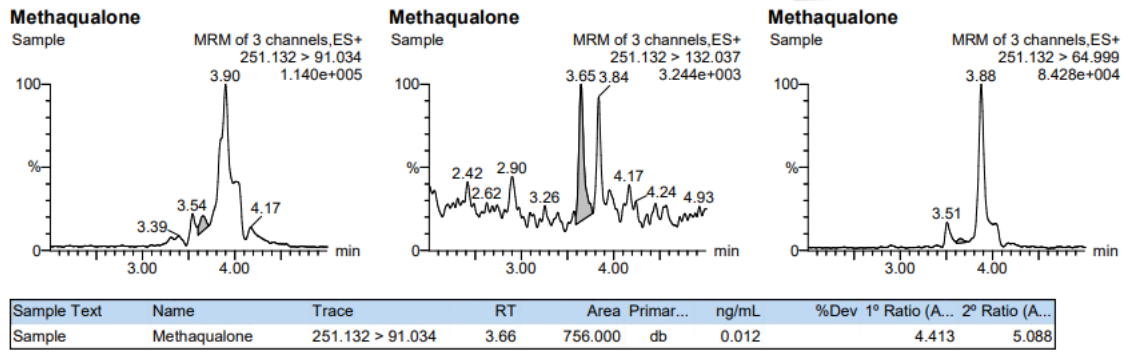
谱图和数据



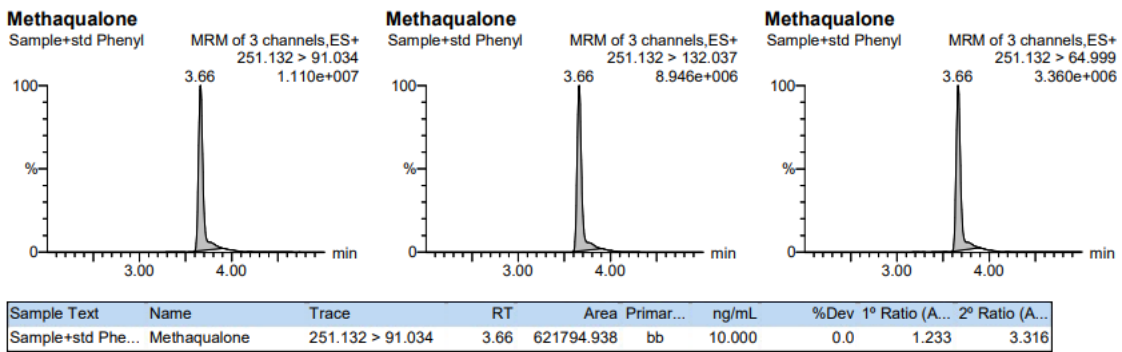
(1) 空白



(2) 样品溶液

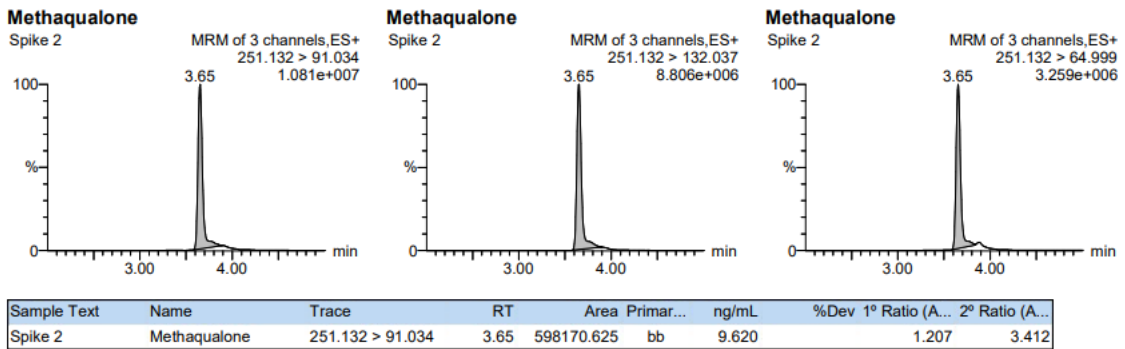
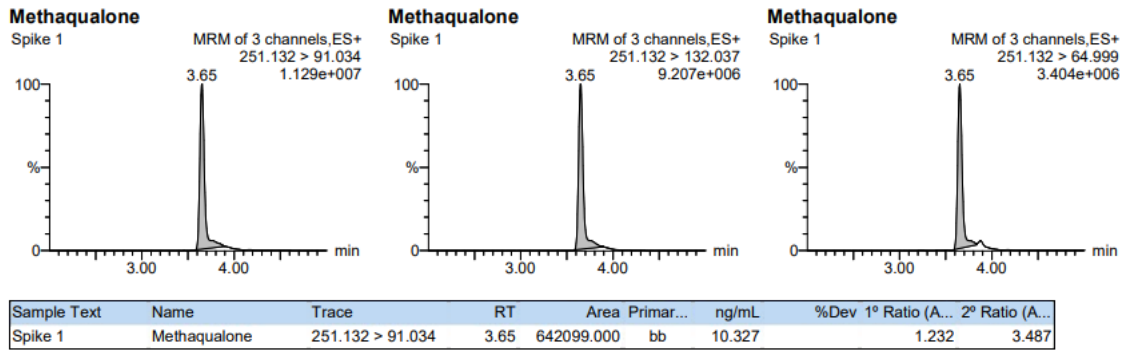


(3) 10 ng/mL 基质曲线



(4) 样品加标, 10 ng/mL。





● 结论：

使用月旭 Welchrom® Silica（500 mg，3 mL）检测虾仁中安眠酮回收率为 99.7%，样品回收率满足要求。

日期：2023/01/19

