

测试报告

样品信息			
样品名称	鱼肉	项目编号	20230804-701
样品批号	/	样品性状	/
收样日期	2023/08/08	测试期间	2023/08/08-2023/08/14
标样信息			
名称	规格	数量	
五氯酚	100 ng/mL	5 mL	
实验要求			
回收率符合国标要求、样品峰型良好			
参考方法			
GB 23200.92-2016			
试剂信息			
试剂名称	级别	品牌	
甲醇	HPLC	Welpure	
乙腈	HPLC	Welpure	
三乙胺	AR	麦克林	
甲酸	LCMS	麦克林	
乙酸铵	AR	泰坦	
氨水	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

仪器信息	Xevo TQ-S micro
色谱柱	Xtimate®UHPLC C18 (2.1×50mm,1.8µm)
批号	UHPX1.08

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7页

邮编: 201600

邮编: 321000

邮编: 211500



序列号	60230203927		
柱压	4362 psi		
流动相	A: 5 mmol/L 乙酸铵溶液; B: 甲醇;		
柱温	30°C		
流速	0.25 mL/min		
进样量	5 μ L		
参考色谱条件	时间/min	A/%	B/%
	0	60	40
	1	0	100
	7	0	100
	7.5	60	40
	12	60	40

1.2. 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：氦气

离子喷雾电压：1kV

名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	Cone (V)	Collision (V)	Polarity
五氯酚	263.1	263.1	28	3	Negative
	267.0	266.8	30	28	Negative

1.3. 溶液配制

1.3.1. 溶液配制

70%乙腈水溶液：准确量取乙腈 70 mL 和水 30 mL，混合均匀；

5%三乙胺乙腈-水溶液：准确量取 5 mL 三乙胺，转入 100 mL 容量瓶，用 70%乙腈水溶液定容至刻度线，混匀待用；

5%氨水溶液：量取 10 mL 浓氨水（25%），转移入 50 mL 容量瓶，用水定容至刻度线，混匀待用；

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%甲酸甲醇溶液：量取 1 mL 甲酸，转移入 25 mL 容量瓶，用甲醇定容至刻度线，混匀待用；

2%甲酸甲醇水溶液：取一定量的 4%甲酸甲醇溶液于水等体积混合，待用；

1.3.2. 流动相配制

5 mmol/L 乙酸铵水溶液：准确称取 0.3854 g 乙酸铵，溶于水中，转移到 1000 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，抽滤待用；

1.3.3 标准溶液配制

100 ng/mL 五氯酚标准储备液：客户提供；

1.3.4 样品溶液配制：（鱼肉基质）

称取 2 g(精确到 0.01 g)均质试样于 15 mL 离心管中，准确加入 6 mL 5%三乙胺乙腈-水溶液，均质提取 2 min；3000 r/min 离心 5 min，收集上清液于另一刻度离心管中。离心后的残渣用 6 mL 5%三乙胺乙腈-水溶液重复上述提取步骤一次，合并上清液，待用。

Welchrom® P-SAX, 60 mg/3 mL:

活化：5 mL 甲醇、5 mL 水；

上样：全部待用样品溶液，流速控制在 1 s/滴；

淋洗：依次用 5 mL 5%氨水溶液、5 mL 甲醇、5 mL 2%甲酸甲醇水溶液淋洗，弃去流出液，抽干 5 min 以上；

洗脱：用 4 mL 4%甲酸甲醇溶液洗脱，收集全部洗脱液；

将洗脱液于 40 °C 下水浴氮吹至 1 mL，用水定容至 2 mL，混匀，过 0.22 μm PTFE 滤膜，待测。

1.3.4.1 样品量

试剂空白 (Reagent Blank)、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)

1.3.4.2 谱图和数据

(1) 试剂空白 (Reagent Blank) 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

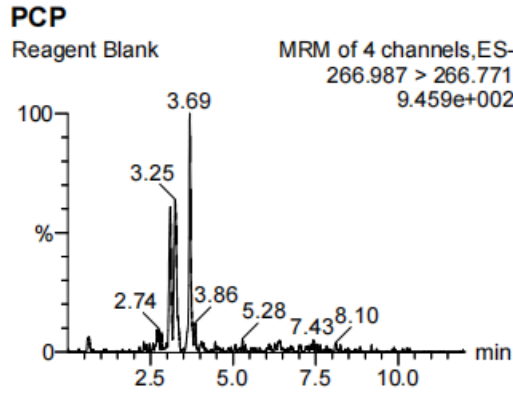
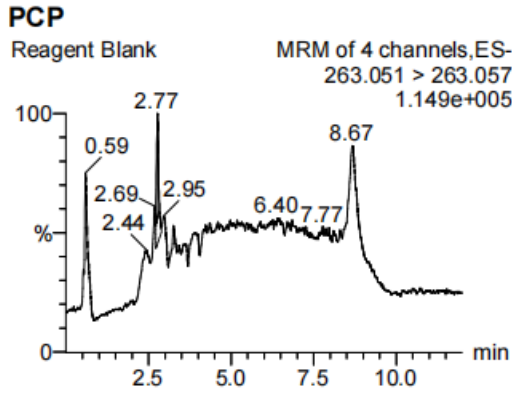
第 3 页 共 7 页

邮编: 201600

邮编: 321000

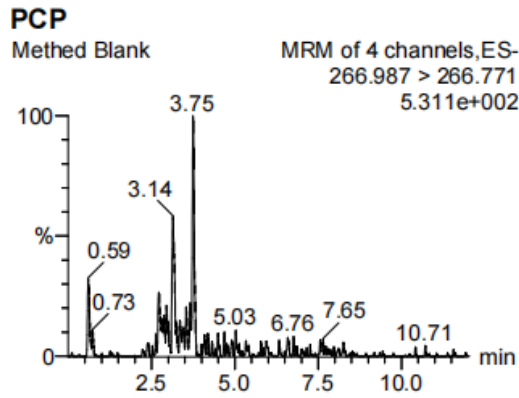
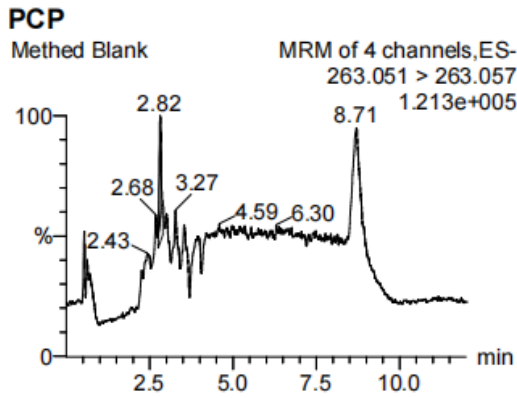
邮编: 211500





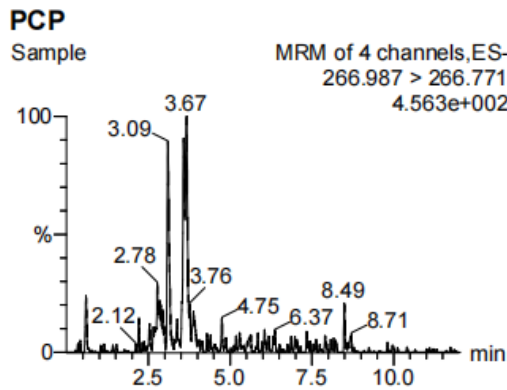
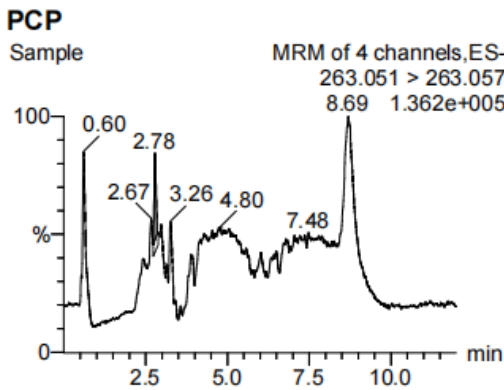
Sample Text	Name	Trace	RT	Area Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Reagent Blank	PCP	263.051 ...	2.77	2586.761	MM	0.189		14781...

(2) 方法空白(Methed Blank)、 溶液检测图谱



Sample Text	Name	Trace	RT	Area Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Methed Blank	PCP	263.051 ...	2.82	2754.790	MM	0.202		14849...

(3) 基质空白 (Sample) 溶液检测图谱



Sample Text	Name	Trace	RT	Area Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Sample	PCP	263.051 ...	2.78	3047.783	MM	0.223		10652...

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

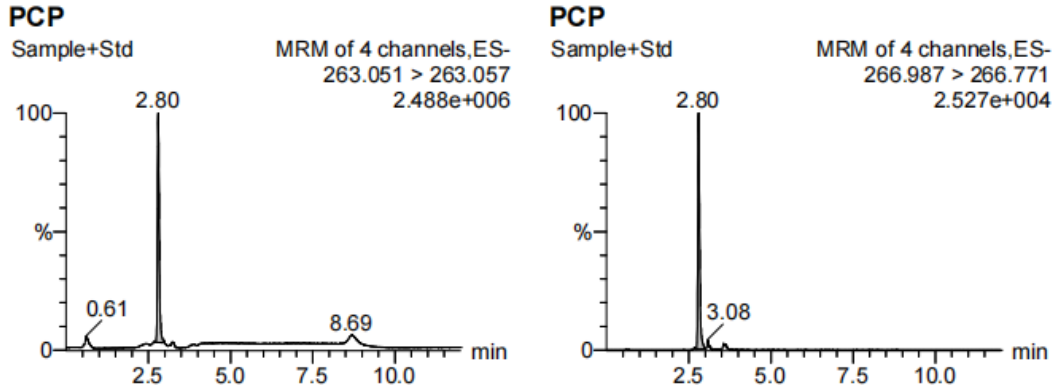
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969



(4) 基质曲线 (Sample+Std) 溶液检测图谱



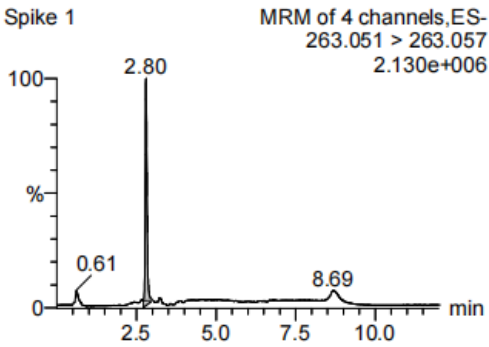
Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Sample+Std	PCP	263.051 ...	2.80	136653.234	bd	10.000	95.009		21045....

(5) 基质加标(Spike1、Spike2) 溶液检测图谱



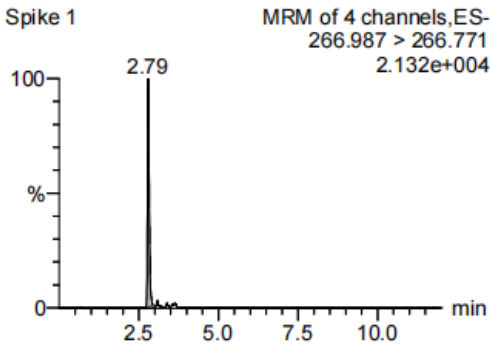
PCP

Spike 1



PCP

Spike 1

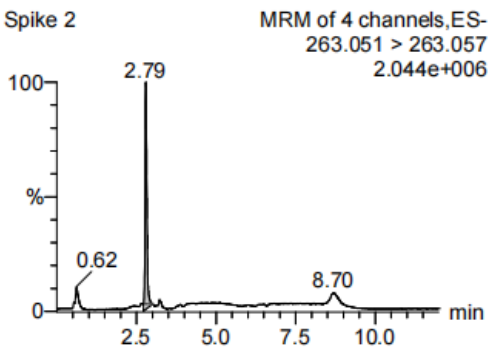


Sample Text	Name	Trace	RT	Area Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Spike 1	PCP	263.051 ...	2.80	125031.555	MM	9.150	104.541	20273....

Name: 20230808031, Date: 11-Aug-2023, Time: 17:44:04, Description: Spike 2, Conditions:

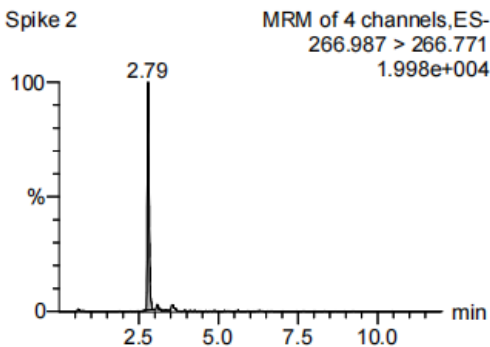
PCP

Spike 2



PCP

Spike 2

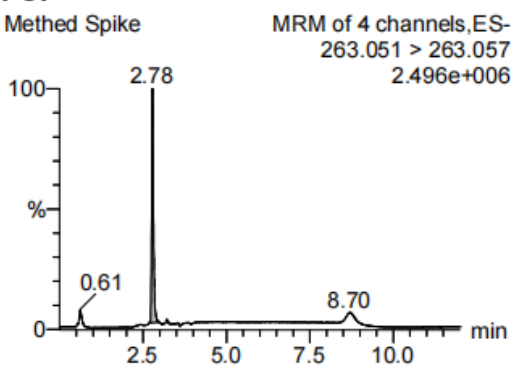


Sample Text	Name	Trace	RT	Area Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Spike 2	PCP	263.051 ...	2.79	121092.422	MM	8.861	108.712	19695....

(6) 方法加标(Methed Spike)溶液溶液检测图谱

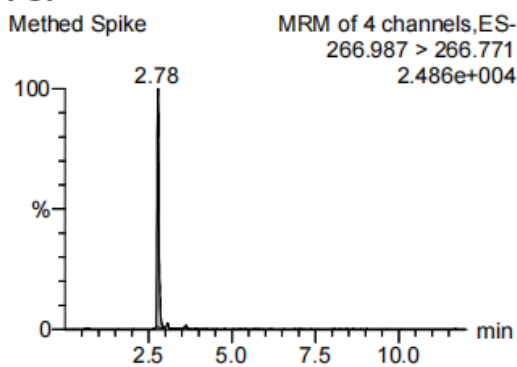
PCP

Methed Spike



PCP

Methed Spike



Sample Text	Name	Trace	RT	Area Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Methed Spike	PCP	263.051 ...	2.78	136350.125	bb	9.978	99.121	19731....

1.4 结论

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



结论：使用 **Welchrom[®] P-SAX,60 mg/3 mL SPE** 小柱、**Xtimate[®]UHPLC C18 (2.1×50mm,1.8μm)** 色谱柱以基质曲线 (Sample+Std) 计算基质加标(Spike1、Spike2)回收率为 91.5%、88.6%，符合国标要求，谱图峰型良好。
建议使用 **Welchrom[®] Syringe Filter Hydrophilic PTFE 13 mm×0.22μm** 滤器进行样品过滤。

报告人: Chilli

审核人: Tim

日期: 2023/08/14

