

## 测试报告

| 样品信息             |            |       |                       |
|------------------|------------|-------|-----------------------|
| 样品名称             | 鱼肉         | 项目编号  | SH20230922-001        |
| 样品批号             | /          | 样品性状  | /                     |
| 收样日期             | 2024/01/08 | 测试期间  | 2024/01/08-2024/01/12 |
| 标样信息             |            |       |                       |
| 名称               | 规格         | 数量    |                       |
| 三氮脒              | /          | 1     |                       |
| 实验要求             |            |       |                       |
| 回收率符合国标要求        |            |       |                       |
| 参考方法             |            |       |                       |
| GB 31658.18-2022 |            |       |                       |
| 试剂信息             |            |       |                       |
| 试剂名称             | 级别         | 品牌    |                       |
| 甲醇               | HPLC       | 月旭    |                       |
| 甲酸               | GC         | 麦克林   |                       |
| 甲酸铵              | AR         | 泰坦    |                       |
| 氨水               | AR         | 阿拉丁   |                       |
| 冰乙酸              | AR         | 沪试    |                       |
| 仪器信息             |            |       |                       |
| 仪器厂家             |            | 仪器型号  |                       |
| 赛默飞              |            | U3000 |                       |

## 1. 试验过程

## 1.1. 色谱条件

|      |  |
|------|--|
| 色谱柱: | Ultimate AQ-C18 <sup>®</sup> (4.6×150 mm, 5μm) |
| 流动相: | A: 0.02 mol/L 甲酸铵溶液 (pH=4.0) B: 甲醇             |
| 流速:  | 1 mL/min                                       |
| 进样量: | 20 μL  |

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 6 页

邮编: 201600

邮编: 321000

邮编: 211500

|       |          |           |           |
|-------|----------|-----------|-----------|
| 柱温：   | 30°C     |           |           |
| 检测器：  | UV       |           |           |
| 检测波长： | 370 nm   |           |           |
| 洗脱程序  | 时间 (min) | 流动相 A (%) | 流动相 B (%) |
|       | 0        | 90        | 10        |
|       | 1.0      | 90        | 10        |
|       | 5.0      | 80        | 20        |
|       | 10.0     | 10        | 20        |
|       | 12.0     | 10        | 90        |
|       | 12.5     | 90        | 10        |
|       | 17.0     | 90        | 10        |
| 注意事项  | /        |           |           |

## 1.2. 溶液配制

### 1.2.1. 溶液配制

60% 乙腈溶液：准确量取 60 mL 乙腈，用水定容至 100 mL，混匀待用；

0.5% 乙酸乙腈溶液：取冰乙酸 2.5 mL，用乙腈稀释至 500 mL，混匀待用；

5% 氨水溶液：取氨水 5 mL，用水定容至 100 mL，混匀待用；

乙酸甲醇溶液 (pH=7.0)：取冰乙酸 6 mL，加甲醇 94 mL，混匀，用氨水调节 pH 至 7.0 (±0.05)；

0.02 mol/L 甲酸铵溶液 (pH=4.0)：取甲酸铵 1.26 g，加 900 mL 水溶解，用甲酸调节 pH 至 4.0 (±0.05)，用水定容至 1000 mL。

### 1.2.2. 样品溶液配制

称取 2 g 试样（鱼肉）（准确至±0.05 g）于 50 mL 离心管中，加 18 mL 60% 乙腈溶液，涡旋振荡器上振荡 1 min 后用冰乙酸调节 pH 至 5.5±0.1，震荡 10 min，10000 r/min 离心 5min，取上清液，用 60% 乙腈溶液稀释至 20 mL，混匀，取 2 mL 备用。

#### Welchrom® P-WCX, 60 mg/3 mL:

活化：3 mL 甲醇、3 mL 水；

上样：2 mL 备用液；

淋洗：3 mL 5% 氨水溶液、3 mL 甲醇，抽干；

洗脱：1 mL 乙酸甲醇溶液 (pH=7.0)（收集），抽干；

将洗脱液过 0.22 μm 滤膜，待上机。

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

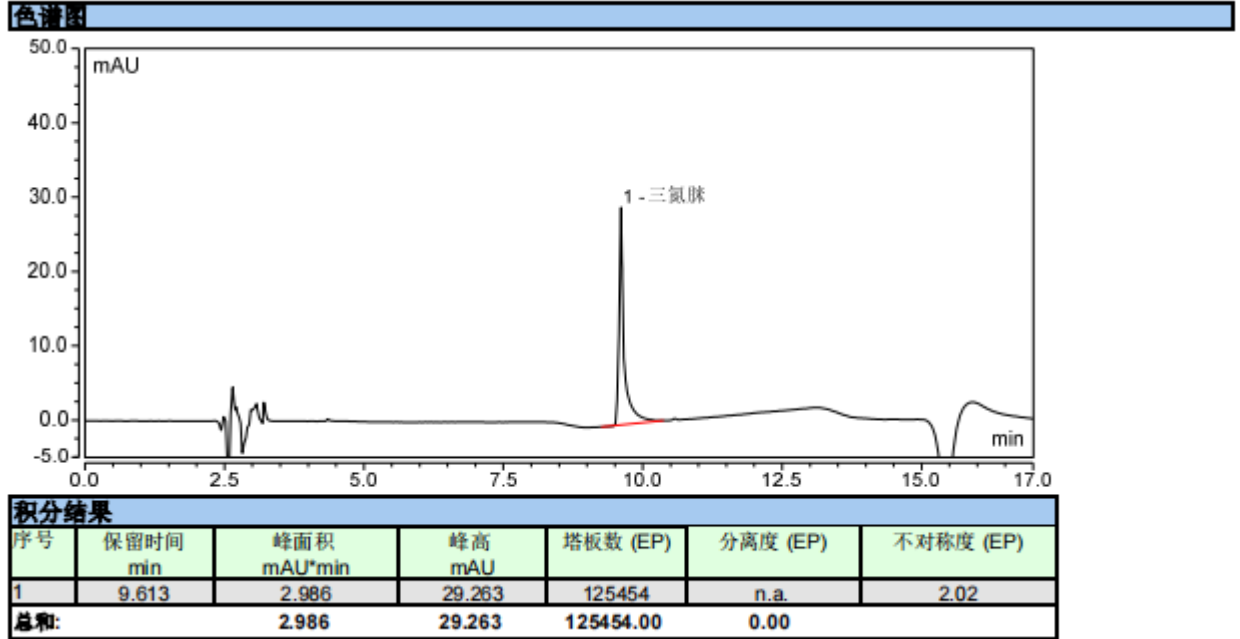


### 1.2.3. 样品量

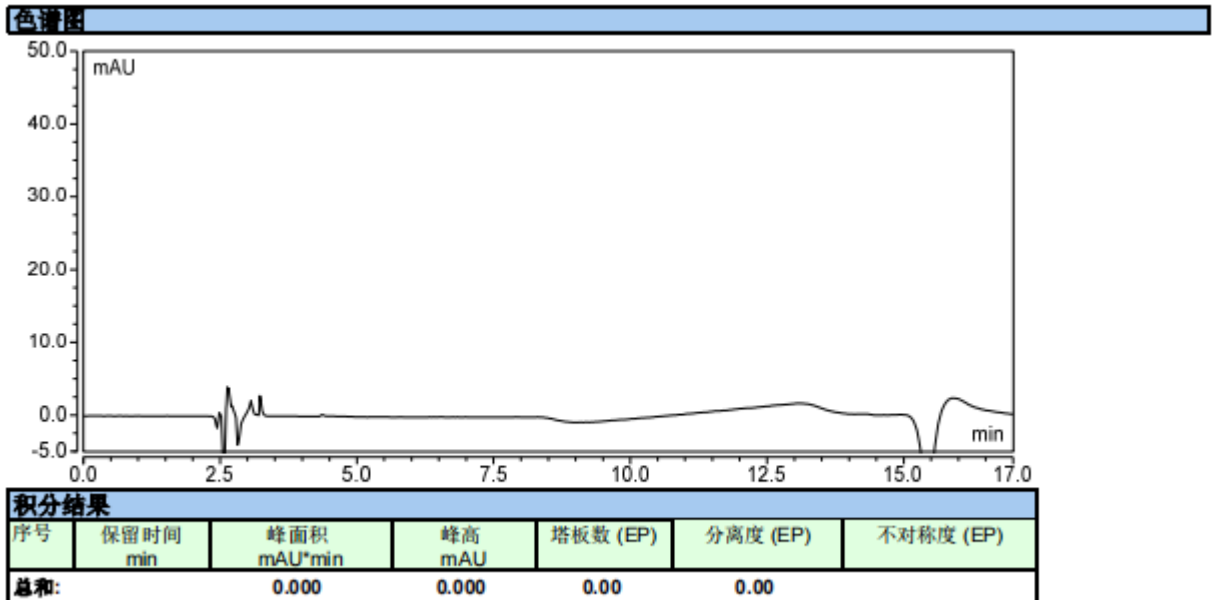
方法加标、方法空白、试剂空白、样品后加标、样品加标-1、样品加标-2、样品空白

## 2. 谱图和数据

### (1) 方法加标溶液检测图谱

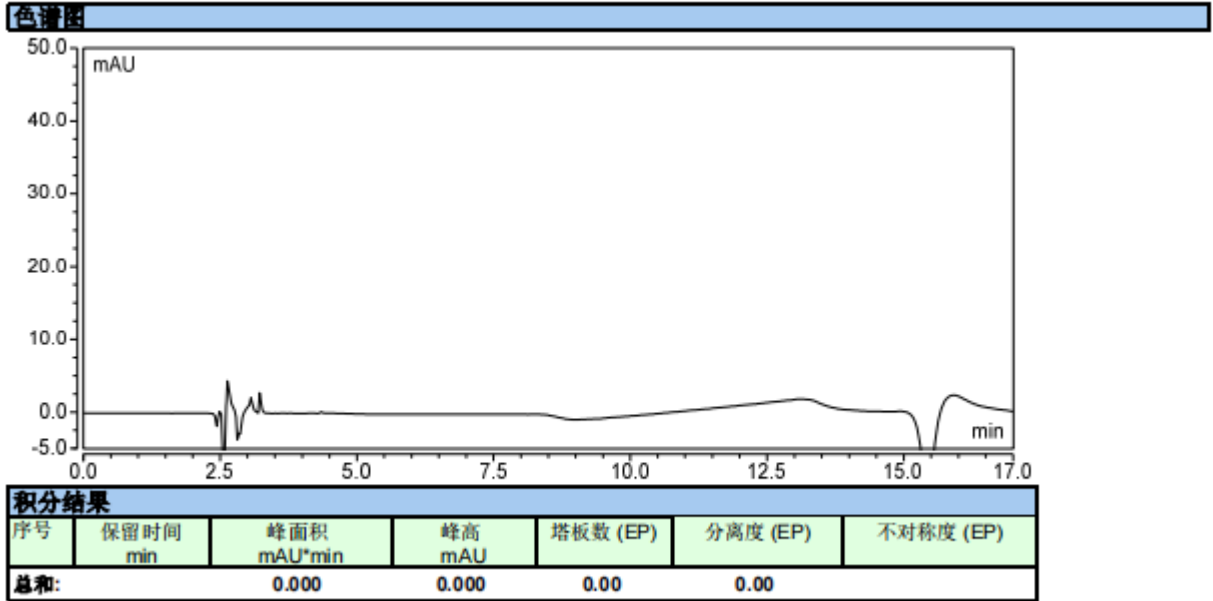


### (2) 方法空白溶液检测图谱

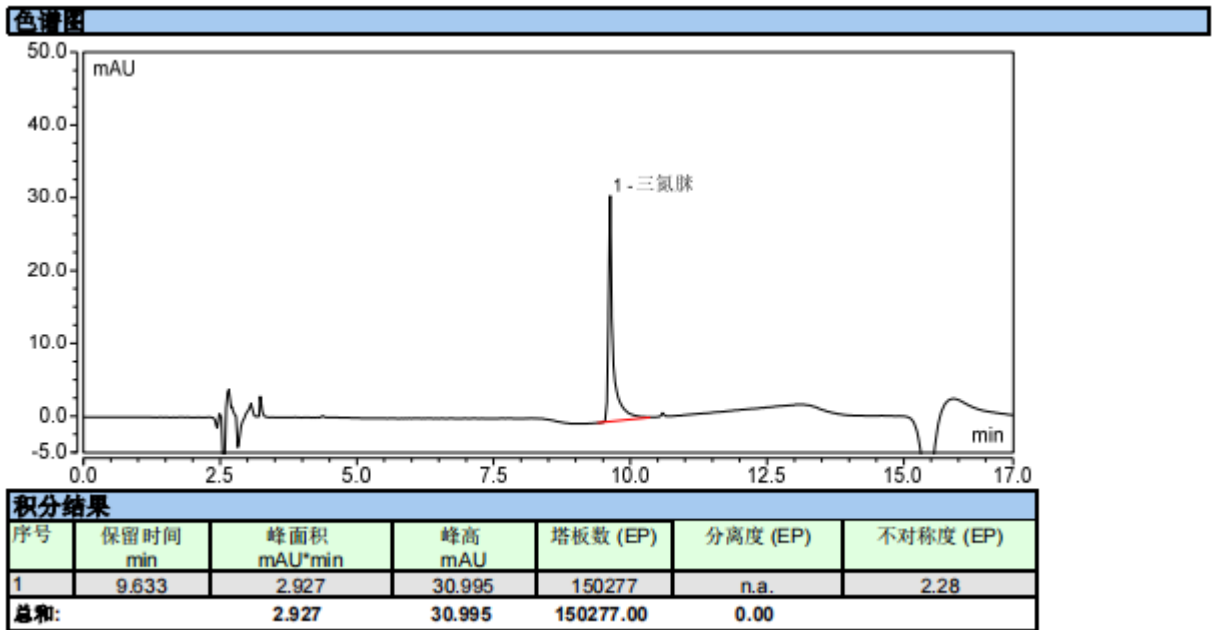


### (3) 试剂空白溶液检测图谱





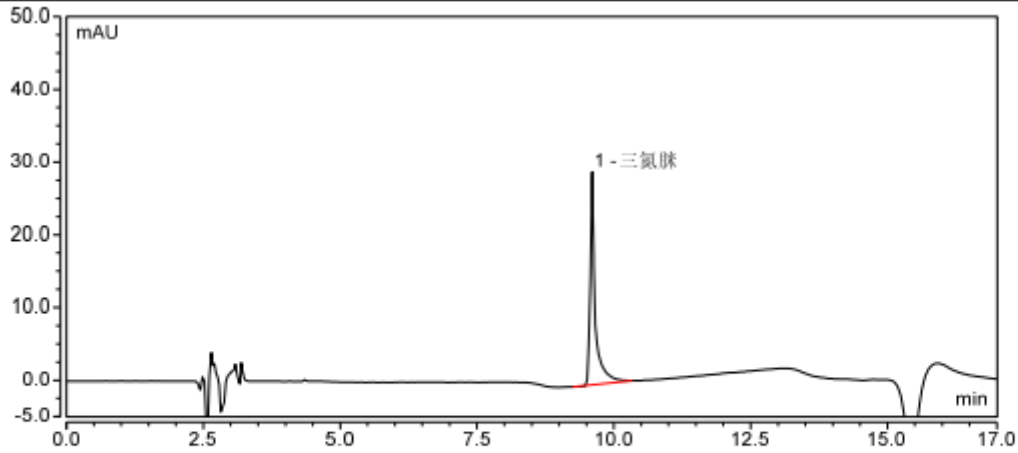
(4) 样品后加标溶液检测图谱



(5) 样品加标-1 溶液检测图谱



色谱图

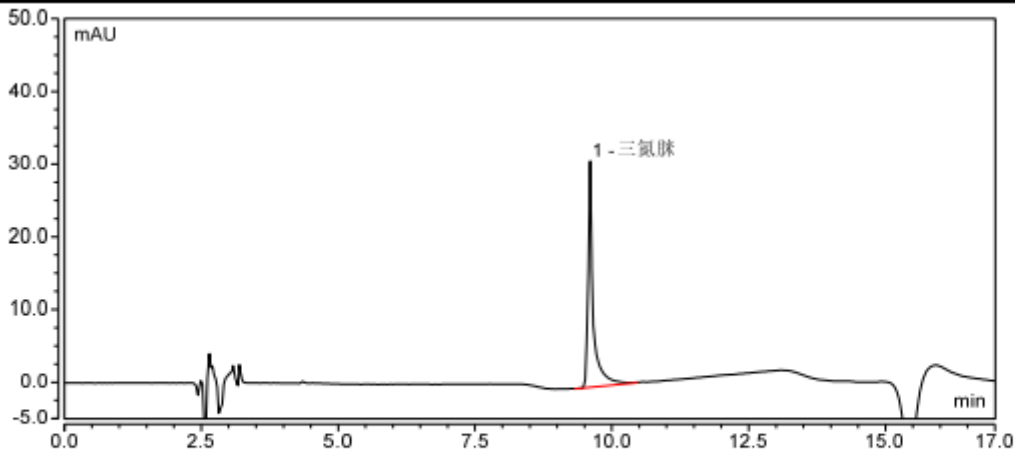


积分结果

| 序号  | 保留时间<br>min | 峰面积<br>mAU*min | 峰高<br>mAU | 塔板数 (EP)  | 分离度 (EP) | 不对称度 (EP) |
|-----|-------------|----------------|-----------|-----------|----------|-----------|
| 1   | 9.608       | 3.035          | 29.288    | 119514    | n.a.     | 1.94      |
| 总和: |             | 3.035          | 29.288    | 119514.00 | 0.00     |           |

(6) 样品加标-2 溶液检测图谱

色谱图



积分结果

| 序号  | 保留时间<br>min | 峰面积<br>mAU*min | 峰高<br>mAU | 塔板数 (EP)  | 分离度 (EP) | 不对称度 (EP) |
|-----|-------------|----------------|-----------|-----------|----------|-----------|
| 1   | 9.606       | 3.278          | 31.115    | 118846    | n.a.     | 1.94      |
| 总和: |             | 3.278          | 31.115    | 118846.00 | 0.00     |           |

(7) 样品空白溶液检测图谱

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

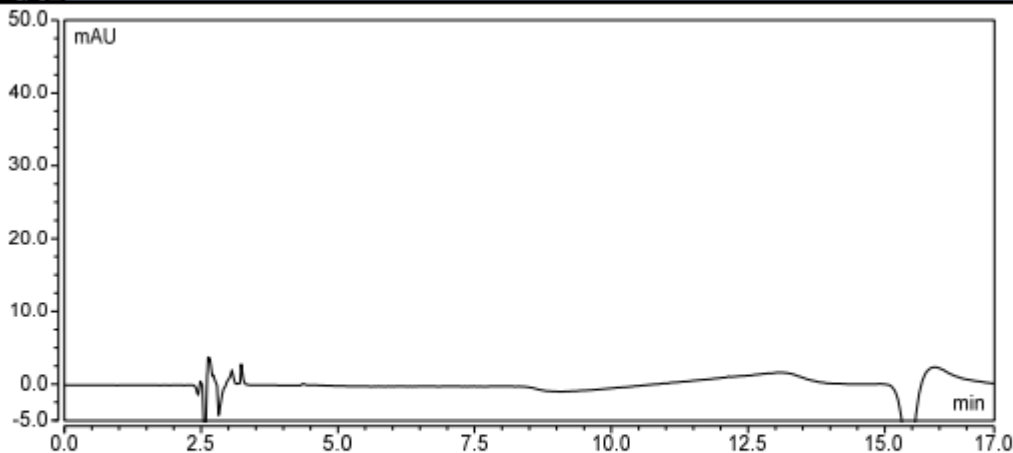
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969



色谱图



积分结果

| 序号  | 保留时间<br>min | 峰面积<br>mAU*min | 峰高<br>mAU | 塔板数 (EP) | 分离度 (EP) | 不对称度 (EP) |
|-----|-------------|----------------|-----------|----------|----------|-----------|
| 总和: |             | 0.000          | 0.000     | 0.00     | 0.00     |           |

### 3. 结论

使用月旭 Ultimate AQ-C18<sup>®</sup> (4.6×150 mm,5μm) 色谱柱、Welchrom<sup>®</sup> P-WCX,60 mg/3 mL SPE 柱净化样品后，以样品后加标计算回收率为：103.7 %、112.0 %，满足回收率要求。

报告人:Chilli

审核人:Tim

日期: 2024/01/25

