

测试报告

样品信息			
样品名称	奶粉	编号	Z20220627-001
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2022/6/22	测试期间	2022/6/22-2022/6/24
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	乙基香兰素、香豆素		
参考标准			
参考标准	GB 5009.284-2021	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 LP-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%乙腈
	0	75	25
	5.0	40	60
	5.1	10	90
	6.0	10	90
	6.5	75	25
	9.0	75	25
柱温:	30°C		



流速:	0.3 mL/min
进样量:	2 μ L
注意事项:	本方法为基质曲线, 建议使用内标法。

● 流动相的配置:

流动相 A : 移取 0.5 mL 甲酸并加水至 500 mL 混匀, 经 0.22 μ m 滤膜抽滤, 即;

流动相 B : 用色谱级乙腈, 经 0.22 μ m 滤膜抽滤, 即得。

● 质谱条件:

离子源: ESI

检测方式: MRM

干燥气: 氮气, 450 $^{\circ}$ C, 流速: 1000L/Hr

碰撞气: 氩气

离子喷雾电压: 2.5 kV

名称	母离子(m/z)	子离子(m/z)	Cone (V)	Collision (V)	Polarity
乙基香兰素	167.1	93	30	20	Positive
		111*		15	
香豆素	147.3	91.2*	35	25	Positive
		103.2		10	

*表示定量离子



● 样品溶液的配制:

称取样品 1.0 g 置于 50 mL 离心管中, 加入 10 mL 水, 960 μ L 盐酸溶液(1+1), 涡旋 1 min, 加入 20 mL 乙腈, 涡旋 1 min, 超声提取 30 min, 加入 5 g 氯化钠, 涡旋 2 min, 8000 r/min 离心 5 min, 取上清液 10 mL 45 $^{\circ}$ C 氮吹至干, 加入 1 mL 甲醇溶液溶解残渣, 用水定容至 10 mL,

固相萃取柱: BRP 60mg/3mL

活化: 3 mL 甲醇, 3 mL 水;

上样: 溶解残渣的甲醇水溶液 10 mL;

淋洗: 5 mL 水溶液;

洗脱: (4+1) 甲醇-水溶液 10 mL。

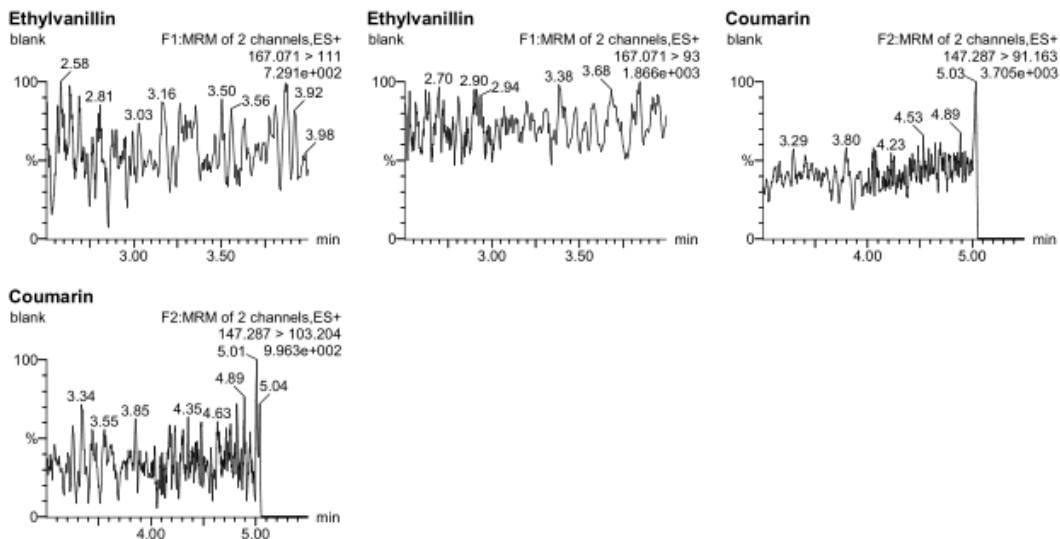
45 $^{\circ}$ C 氮吹至近干, 加入 0.5mL 甲醇, 用水定容至 1 mL, 上清液过 0.22 μ m 滤膜, 上机。

注:

- 1、加入氯化钠后涡旋振荡不充分, 会导致后续氮吹无法吹干, 提取不完全, 有杂质等问题;
- 2、(4+1) 甲醇-水溶液氮吹不容易吹干, 所以氮吹至 0.5 mL 以下即可;
- 3、建议使用内标法校准, 去除基质效应;
- 4、固相萃取柱流速每秒 1 滴。

● 谱图和数据

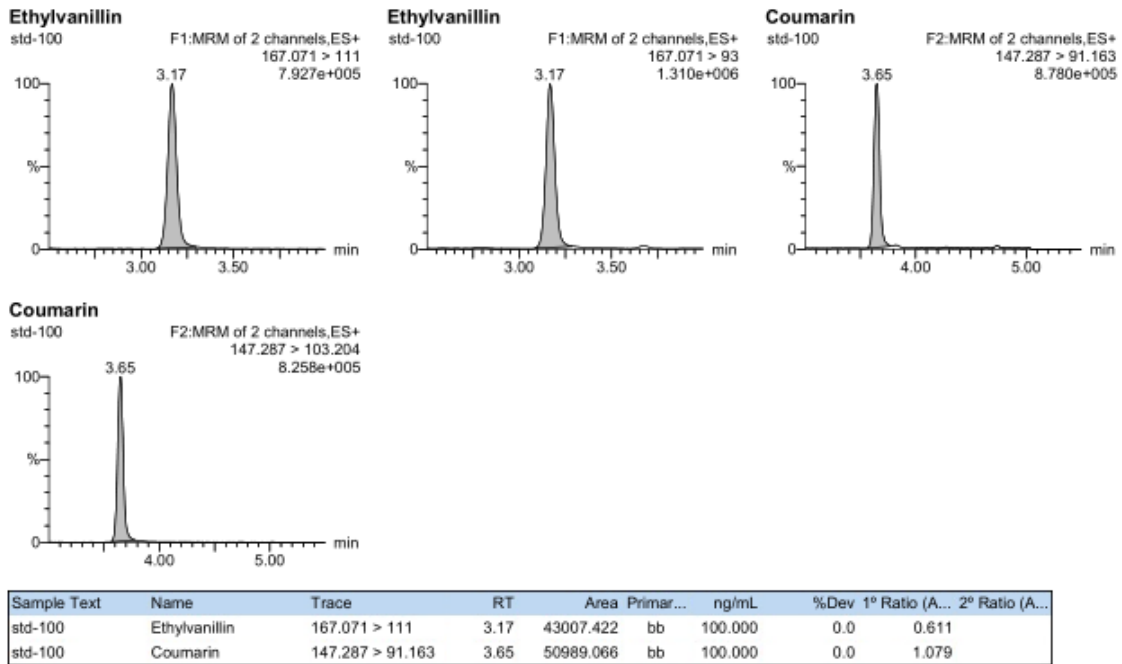
(1) 试剂空白。



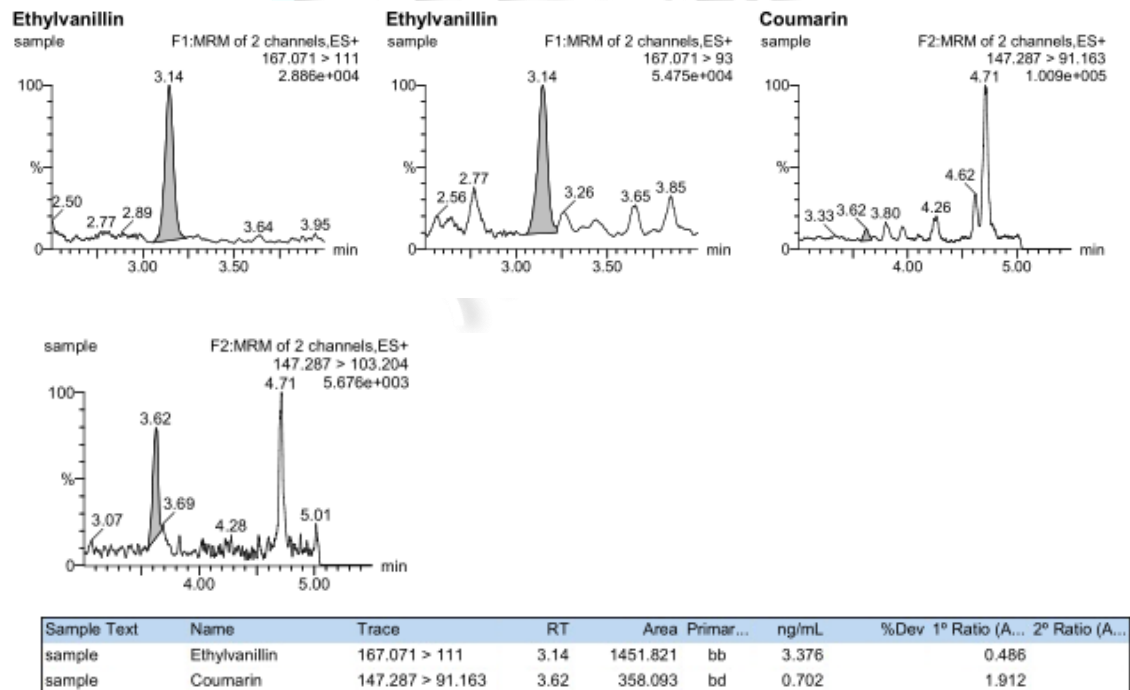
Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	%Dev	1 $^{\circ}$ Ratio (A...	2 $^{\circ}$ Ratio (A...
blank	Ethylvanillin	167.071 > 111							
blank	Coumarin	147.287 > 91.163							



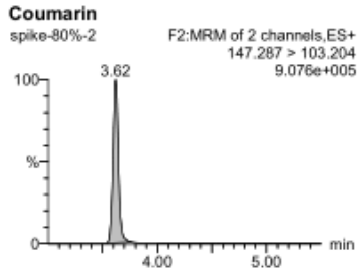
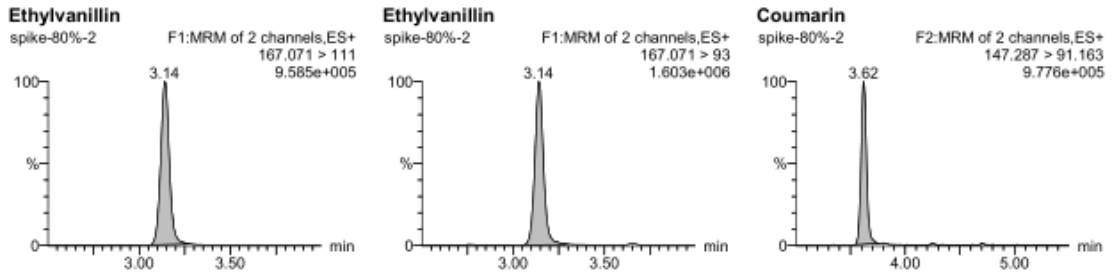
(2) 乙基香兰素和香豆素标准品溶液浓度为 100 ng/mL。



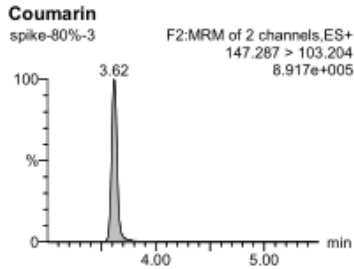
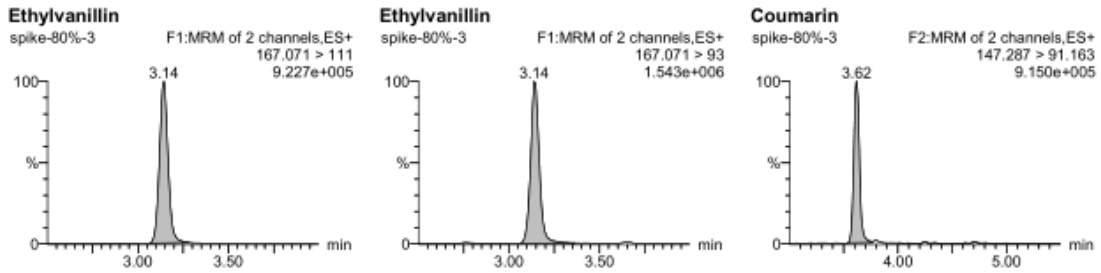
(3) 奶粉本底。



(4) 加标回收: 乙基香兰素和香豆素加标浓度 100 ng/mL。



Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	%Dev	1° Ratio (A...	2° Ratio (A...
spike-80%-2	Ethylvanillin	167.071 > 111	3.14	51029.137	bb	118.652		0.597	
spike-80%-2	Coumarin	147.287 > 91.163	3.62	54105.199	bb	106.111		1.085	



Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	%Dev	1° Ratio (A...	2° Ratio (A...
spike-80%-3	Ethylvanillin	167.071 > 111	3.14	49396.293	bb	114.855		0.595	
spike-80%-3	Coumarin	147.287 > 91.163	3.62	53847.328	bd	105.606		1.055	



● 结论:

样品加标回收

化合物	实际浓度 ng/mL	理论浓度 ng/mL	平均回收率, %
乙基香兰素	118.7	100	116.8
	114.9		
香豆素	106.1	100	105.8
	105.6		

使用 Welchrom® BRP 60mg/3mL 检测奶粉中乙基香兰素和香豆素, 回收率良好。

日期: 2022/06/24

