

## 测试报告

样品信息			
样品名称	饼干	编号	Z20220510-002
样品重量	/	剂型	/
收样日期	/	测试期间	2022/5/9-2022/5/10
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	苯甲酸，山梨酸，糖精钠		
参考标准			
参考标准	GB 5009.28-2016	标样	苯甲酸，山梨酸，糖精钠
仪器信息			
测试仪器	超高效液相色谱仪	仪器型号	Waters ACQuity UHPLC

### ● 色谱条件：

色谱柱：	月旭 Ultimate® UHPLC AQ-C18(2.1×100mm,1.8μm) 月旭 Xtimate® UHPLC C18(2.1×100mm,1.8μm)
流动相	甲醇-20mmol/L 的乙酸铵=5-95
柱温：	30°C
紫外检测器	230 nm
流速：	0.2 mL/min
进样量：	0.5 μL
注意事项：	/

### ● 流动相的配置：

称取乙酸铵 0.77g 于 500ml 水中，混匀，取 0.22μm 滤膜抽滤后即得。

### ● 标准溶液的配置：



标准品储备液：分别精密称取苯甲酸 0.0118g，山梨酸 0.0134g，糖精钠 0.0121g 于 10ml 容量瓶中，分别用水溶解制成浓度为 1.18,1.34,1.21mg/ml 的储备液。

标准品混合溶液：分别精密量取苯甲酸，山梨酸，糖精钠储备液 2mL 用水定容于 10ml 容量瓶中，取该溶液 125  $\mu$ l 加水 875  $\mu$ l 混匀于进样小瓶中备用。

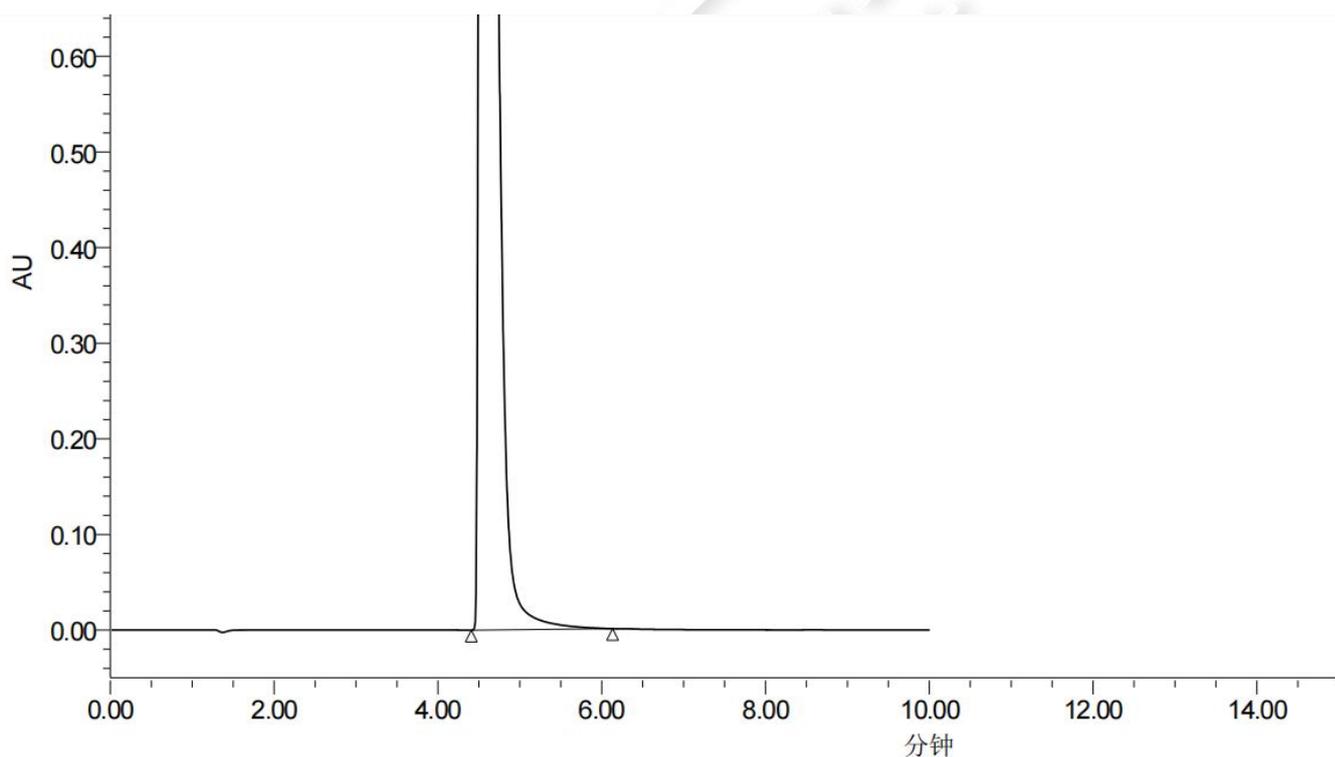
### ● 样品溶液的配置：

取样 2g 于 50ml 离心管中，加入正己烷 10ml，于 60℃ 水浴加热约 5min，并不时轻摇溶解脂肪，加氨水溶液(1+99)25ml,乙醇 1ml，涡旋混匀，于 8000 转/分离心 5 分钟，弃有机层，水层转移至 50ml 离心管中，残渣加水 25ml 水，同“涡旋混匀”后处理，合并水层，定容到 50ml，摇匀，过滤取续滤液，即得。

### ● 谱图和数据

Ultimate® UHPLC AQ-C18(2.1×100mm,1.8 $\mu$ m)图：

(1) 苯甲酸单标：

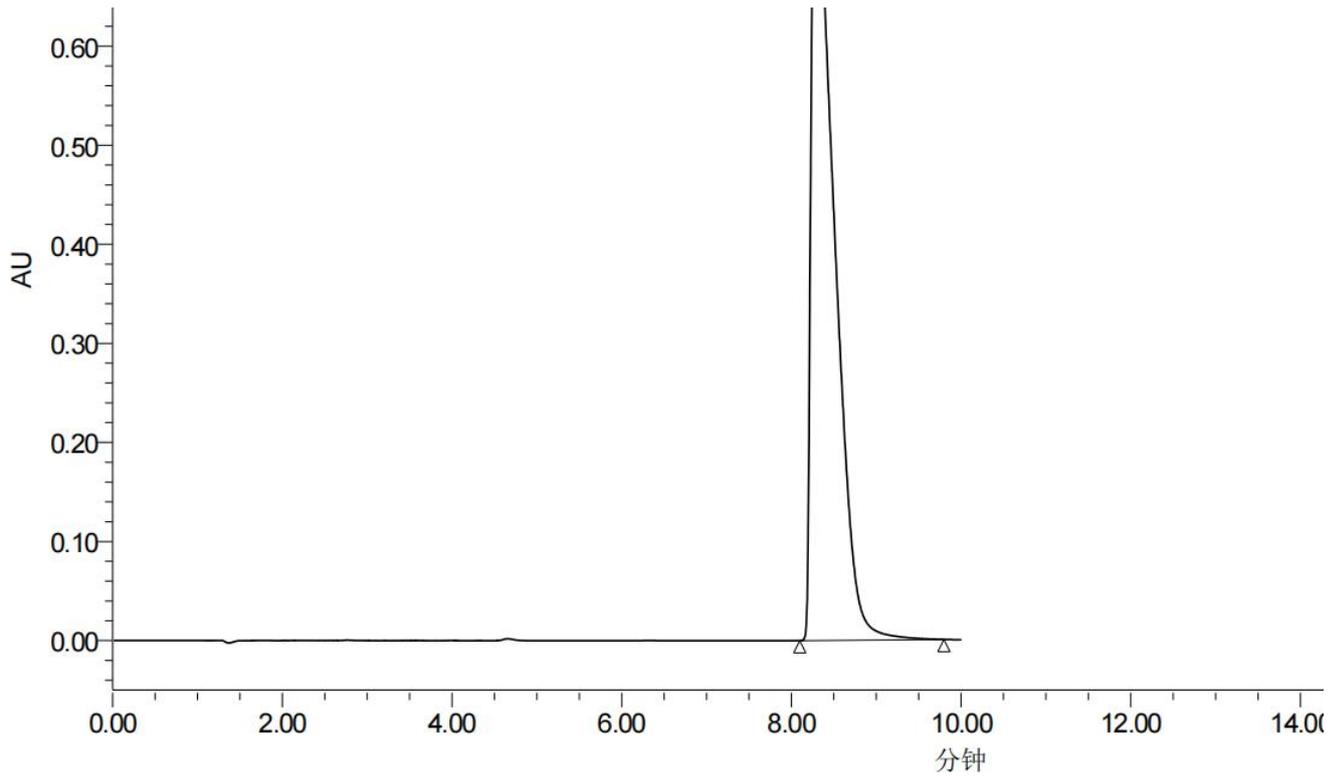


色谱峰结果

	名称	保留时间	面积	峰高	对称因子	分离度	USP 理论塔板数
1		4.567	25322205	1965726	2.103718e+000		2.794018e+003

(2) 糖精钠：

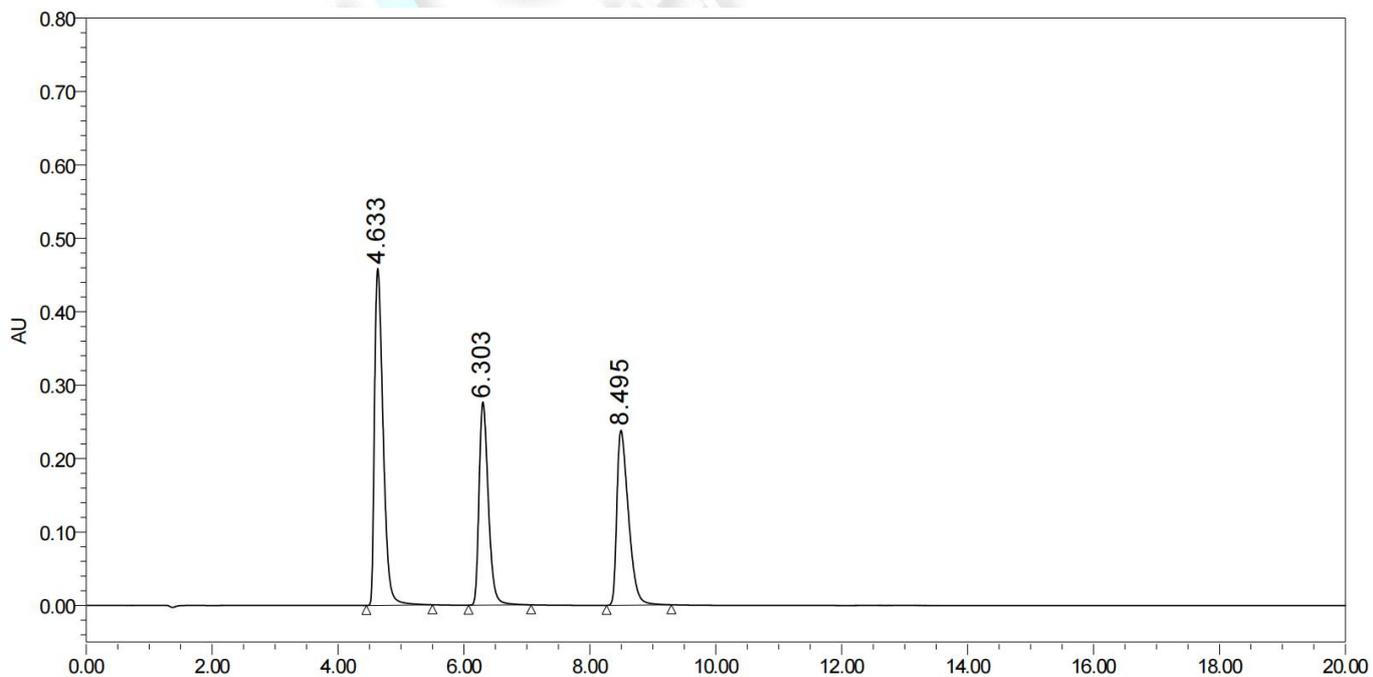




色谱峰结果

	名称	保留时间	面积	峰高	对称因子	分离度	USP 理论塔板数
1		8.291	15103786	809456	2.935573e+000		3.923996e+003

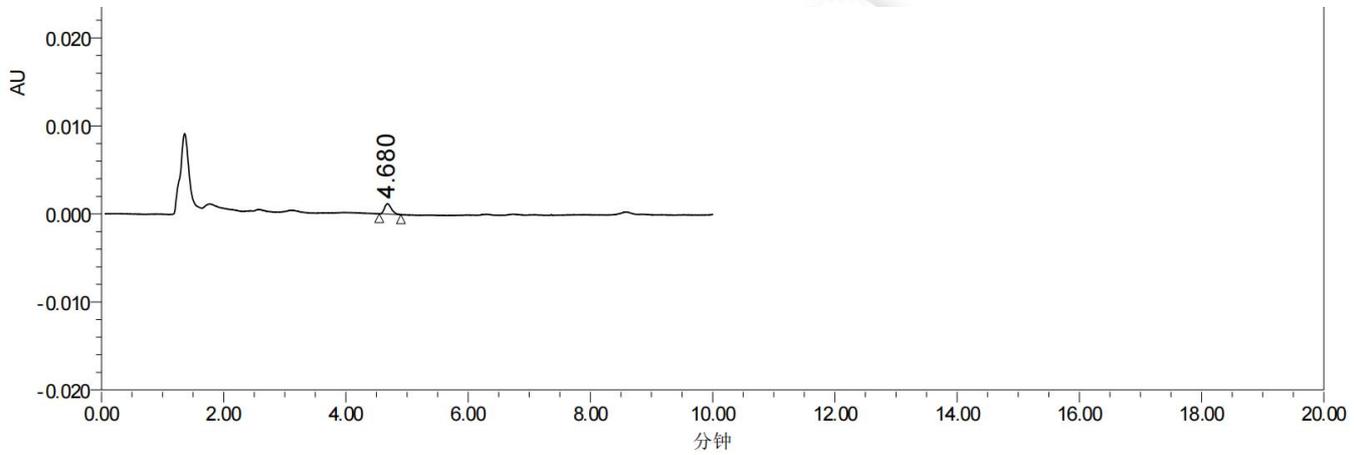
(3) 混合对照 (出峰顺序: 苯甲酸、山梨酸、糖精钠):



色谱峰结果

	名称	保留时间	面积	峰高	对称因子	分离度	USP 理论塔板数
1		4.633	4369347	458831	1.580151e+000		5.612003e+003
2		6.303	2830877	276659	1.361440e+000	6.549323e+000	9.080962e+003
3		8.495	3037659	238312	1.642883e+000	7.396868e+000	1.011347e+004

(4) 供试品样:

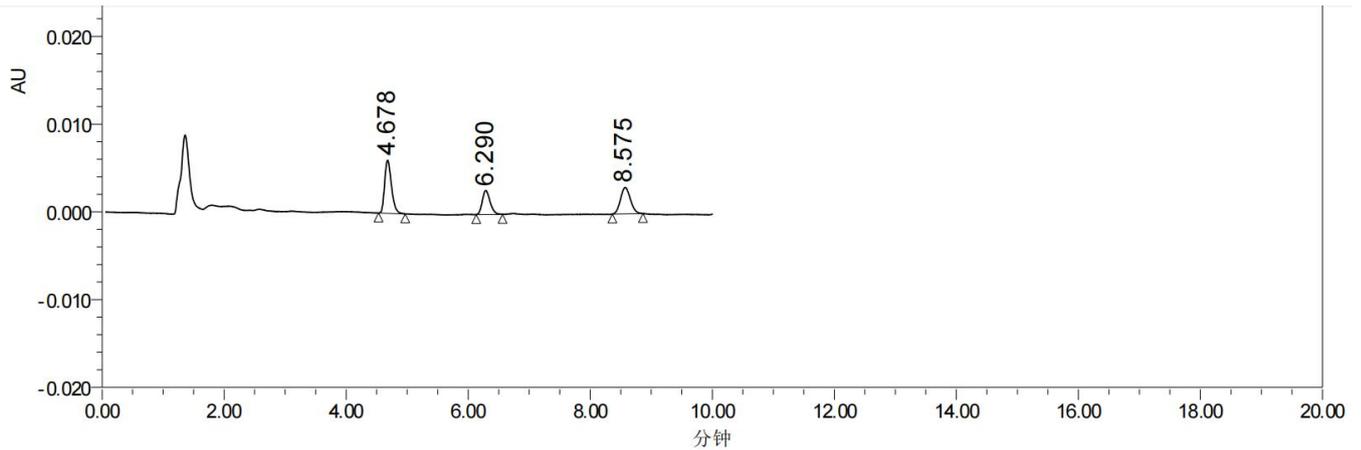


色谱峰结果

	名称	保留时间	面积	峰高	对称因子	分离度	USP 理论塔板数
1		4.680	9447	1195	1.437432e+000		8.545037e+003

(5) 加标回收:



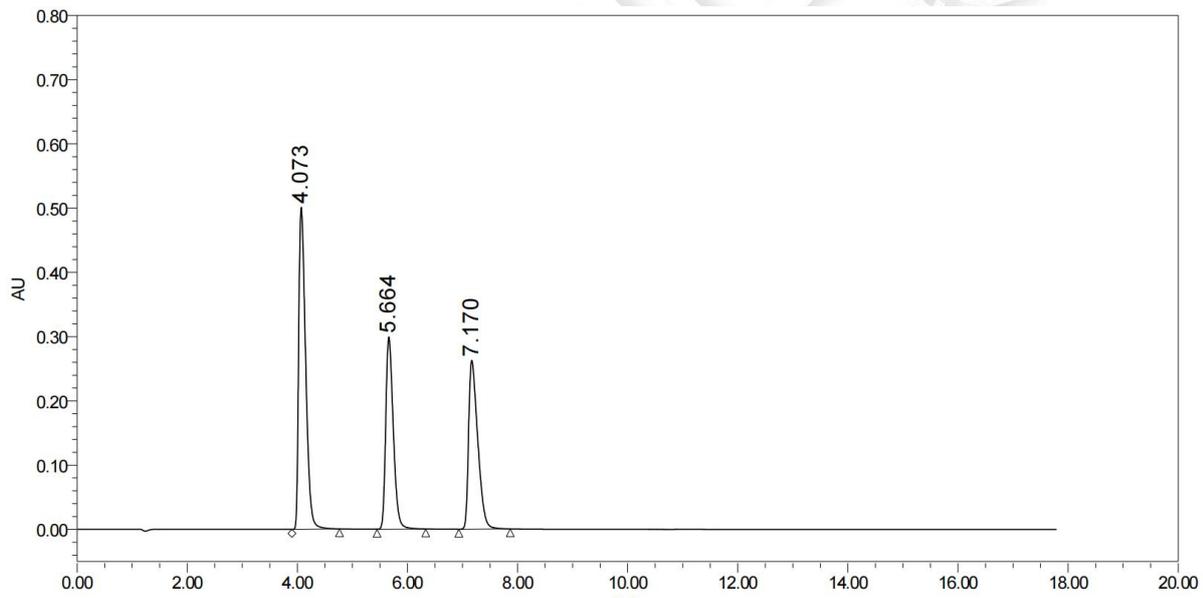


色谱峰结果

名称	保留时间	面积	峰高	对称因子	分离度	USP 理论塔板数
1	4.678	47157	6060	1.342564e+000		8.367608e+003
2	6.290	24402	2738	1.232482e+000	7.408455e+000	1.157768e+004
3	8.575	34034	3018	1.087597e+000	8.640595e+000	1.336342e+004

Xtimate® UHPLC C18(2.1×100mm,1.8μm)图:

(1) 混合对照 (出峰顺序: 苯甲酸、山梨酸、糖精钠):

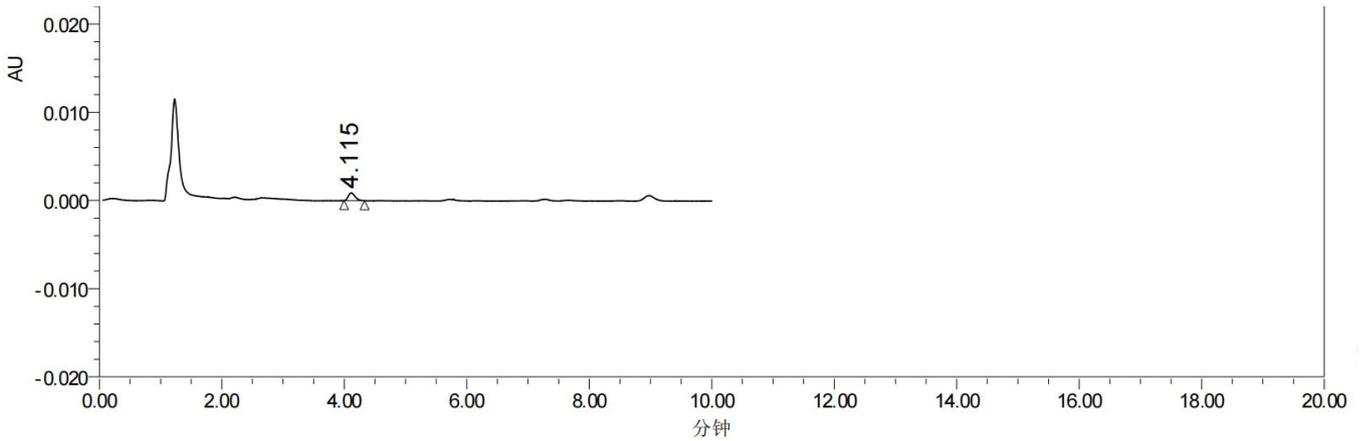


色谱峰结果

名称	保留时间	面积	峰高	对称因子	分离度	USP 理论塔板数
1	4.073	4397028	501087	1.599624e+000		4.979942e+003
2	5.664	2853474	299139	1.356760e+000	6.688724e+000	8.318694e+003
3	7.170	3032644	262662	1.634677e+000	5.504121e+000	8.542946e+003



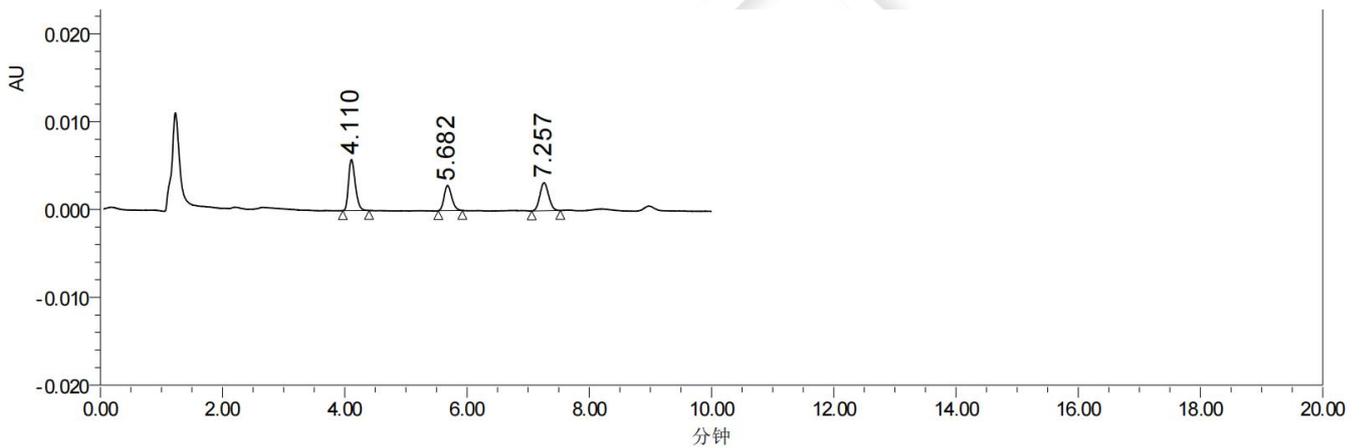
(2) 样品:



色谱峰结果

	名称	保留时间	面积	峰高	对称因子	分离度	USP 理论塔板数
1		4.115	6957	887	1.281936e+000		6.900534e+003

(3) 样品+标:



色谱峰结果

	名称	保留时间	面积	峰高	对称因子	分离度	USP 理论塔板数
1		4.110	44638	5812	1.289322e+000		6.649962e+003
2		5.682	24864	2871	1.211546e+000	7.367405e+000	9.841992e+003
3		7.257	31937	3188	1.109795e+000	6.435025e+000	1.189161e+004

● 结论:

使用月旭 Ultimate® UHPLC AQ-C18(2.1×100mm,1.8μm)和 Xtimate® UHPLC C18(2.1×100mm,1.8μm)能依据参考的方法定量测定饼干中的苯甲酸, 山梨酸, 糖精钠。

日期: 2022/05/11

