

## 测试报告

样品信息			
样品名称	奶粉	项目编号	20231113-1067
样品批号	/	样品性状	液体
收样日期	2023/12/22	测试期间	2024/01/08~2024/01/11
标样信息			
名称	规格	数量	
麦芽糖	5 g	1	
麦芽三糖	100 mg	1	
麦芽四糖	50 mg	1	
麦芽五糖	100 mg	1	
麦芽六糖	50 mg	1	
麦芽七糖	100 mg	1	
D-乳糖	250 mg	1	
实验要求			
满足测试要求，回收率在可接受范围内。			
参考方法			
GB 5009.289-2023			
试剂信息			
试剂名称	级别	品牌	
乙酸	AR	沪试	
二甲基亚砩	HPLC	赛默飞	
氰基硼氢化钠	AR	西亚试剂	
2-氨基苯甲酰胺	AR	阿拉丁	
乙酸铵	AR	泰坦	
乙腈	HPLC	月旭	
淀粉葡萄糖苷酶	$\geq 260$ U/mL	麦克林	
甲酸铵	AR	阿拉丁	
甲酸	HPLC	阿拉丁	

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



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

色谱柱:	Ultimate® HILIC Amide (4.6×150mm,3µm)		
流动相:	0.1%甲酸水溶液:乙腈		
流速:	1.0 mL/min		
进样量:	10 µL		
柱温:	30 °C		
荧光检测器:	激发波长 355 nm, 发射波长 430 nm		
洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%) 50 mmol/L 甲酸铵, pH=4.4±0.1	流动相 B (%) 乙腈
	0.00	2	98
	7.50	2	98
	8.00	16	84
	16.00	16	84
	50.00	39	61
	51.00	80	20
	54.00	80	20
	55.00	2	98
70.00	2	98	
注意事项	/		

### 1.2. 溶液配制

#### 1.2.1. 流动相配制

流动相 A: 称取 3.15 g 甲酸铵, 用 900 mL 水溶解后, 用甲酸调节 pH 至 4.4±0.1, 用水稀释

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 2 页 共 6 页

邮编: 201600

邮编: 321000

邮编: 211500



并定容至 1000 mL。

流动相 B：色谱级乙腈

### 1.2.2. 空白溶液配制

将 200  $\mu$ L 2-氨基苯甲酰胺衍生溶液，涡旋 30s，在 60 $^{\circ}$ C 水浴中保温 120 min，取出放置室温，加入 1 mL 乙酸铵溶液（0.2 mol/L，pH=4.5 $\pm$ 0.1）涡旋混合 30 s，再移取 0.5 mL 混合溶液于 2 mL 离心管中，加入 200  $\mu$ L 乙酸铵溶液（0.2 mol/L，pH=4.5 $\pm$ 0.1）。在 50  $^{\circ}$ C 水浴中保温 30 min，取出放置室温，加入 0.7 mL 乙腈，混匀后上清液过 0.22  $\mu$ m 的尼龙滤膜。

### 1.2.3. 标准溶液配制

标准使用液（1 mg/mL）：取称取麦芽糖、麦芽三糖、麦芽四糖、麦芽五糖、麦芽六糖、麦芽七糖、乳糖各 1 mg，分别用水稀释并定容至 1 mL。

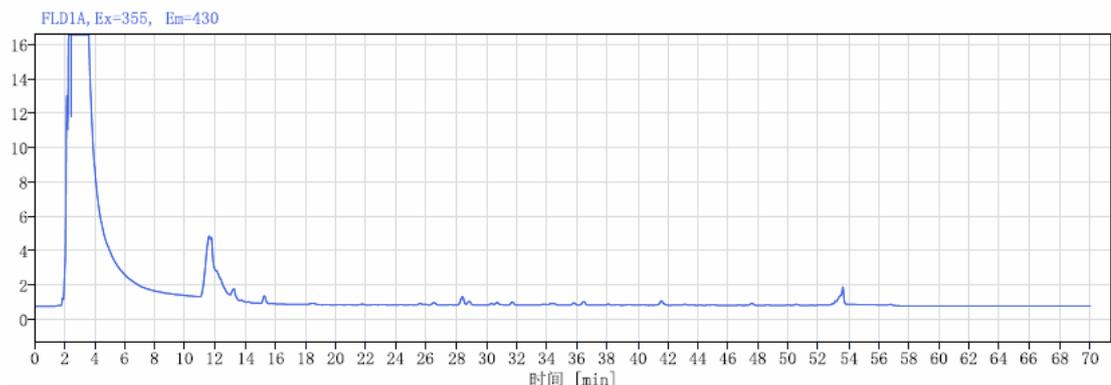
混合标准工作液（100  $\mu$ g/mL）：取上述使用液各 100  $\mu$ L，用水溶解并定容至 1 mL。

### 1.2.4. 样品溶液

称取试样 1.000 g，于 50 mL 烧杯中，加水定容至刻度，混匀，作为试样液，待用。加入 200  $\mu$ L 2-氨基苯甲酰胺衍生溶液，涡旋混合 30 s，在 60 $^{\circ}$ C 水浴中保温 120 min，取出放至室温，加入 1 mL 乙酸铵溶液（0.2 mol/L，pH=4.5 $\pm$ 0.1），涡旋混合 30 s。再移取混合溶液 0.5 mL 于 2 mL 离心管中，加入 138.6  $\mu$ L 淀粉葡萄糖苷酶溶液（约 180 U/mL），在 50  $^{\circ}$ C 水浴中保温 30 min，取出放至室温，加入 0.7 mL 乙腈，混匀后上清液过 0.22  $\mu$ m 的尼龙滤膜，上机分析。

## 2. 谱图和数据

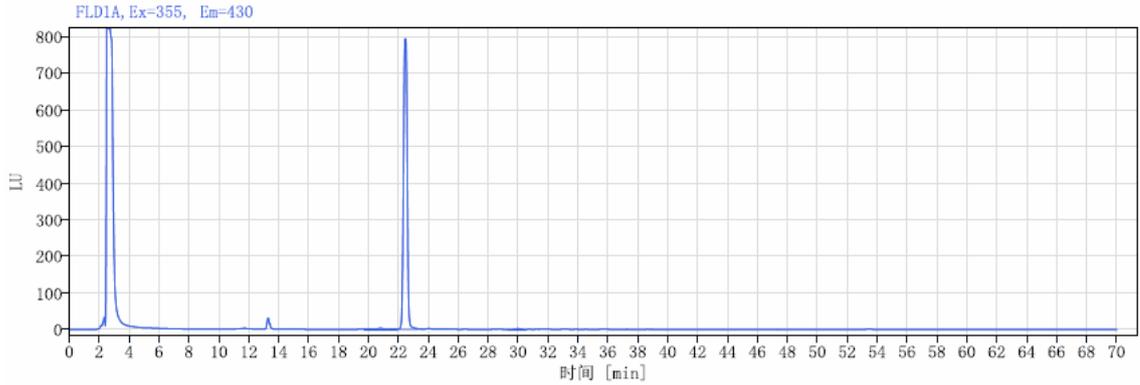
### （1）空白溶液检测图谱



### （2）样品溶液检测图谱

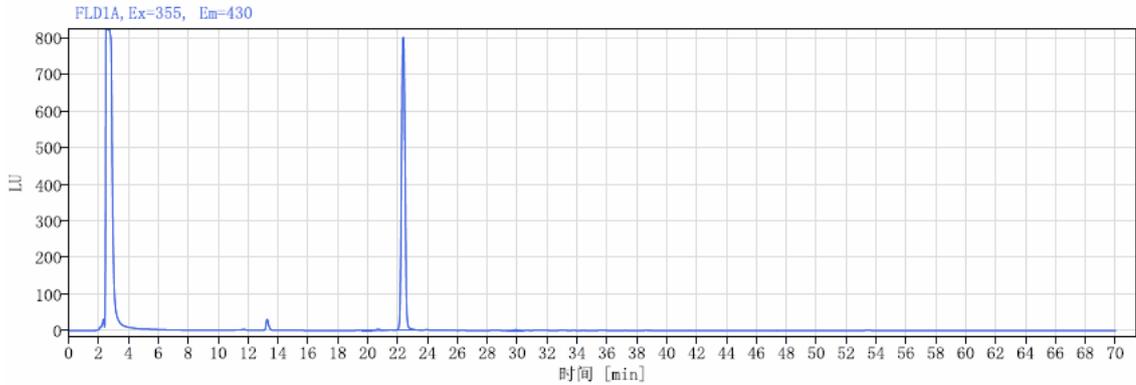
声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。  
Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼  
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号  
Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼  
Tel:400-810-6969





信号: FLD1A, Ex=355, Em=430

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP
	20.030	42.03	0.30	1.99			
	20.790	76.03	0.55	3.44			
	21.609	35.27	0.26	1.80			
	22.461	13543.59	98.05	794.89			
	24.022	66.36	0.48	2.77			
	29.952	49.36	0.36	2.54			
<b>总和</b>		<b>13812.63</b>					

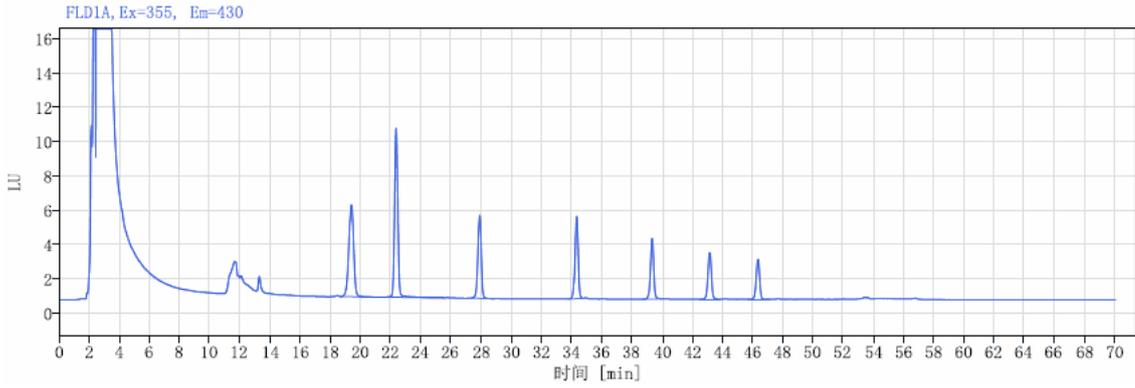


信号: FLD1A, Ex=355, Em=430

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP
	19.944	39.57	0.29	1.90			
	20.702	73.07	0.54	3.28			
	21.524	34.44	0.25	1.73			
	22.374	13253.58	98.07	801.96			
	23.938	66.09	0.49	2.74			
	29.869	48.06	0.36	2.56			
<b>总和</b>		<b>13514.82</b>					

### (3) 基质曲线 (100 µg/mL)

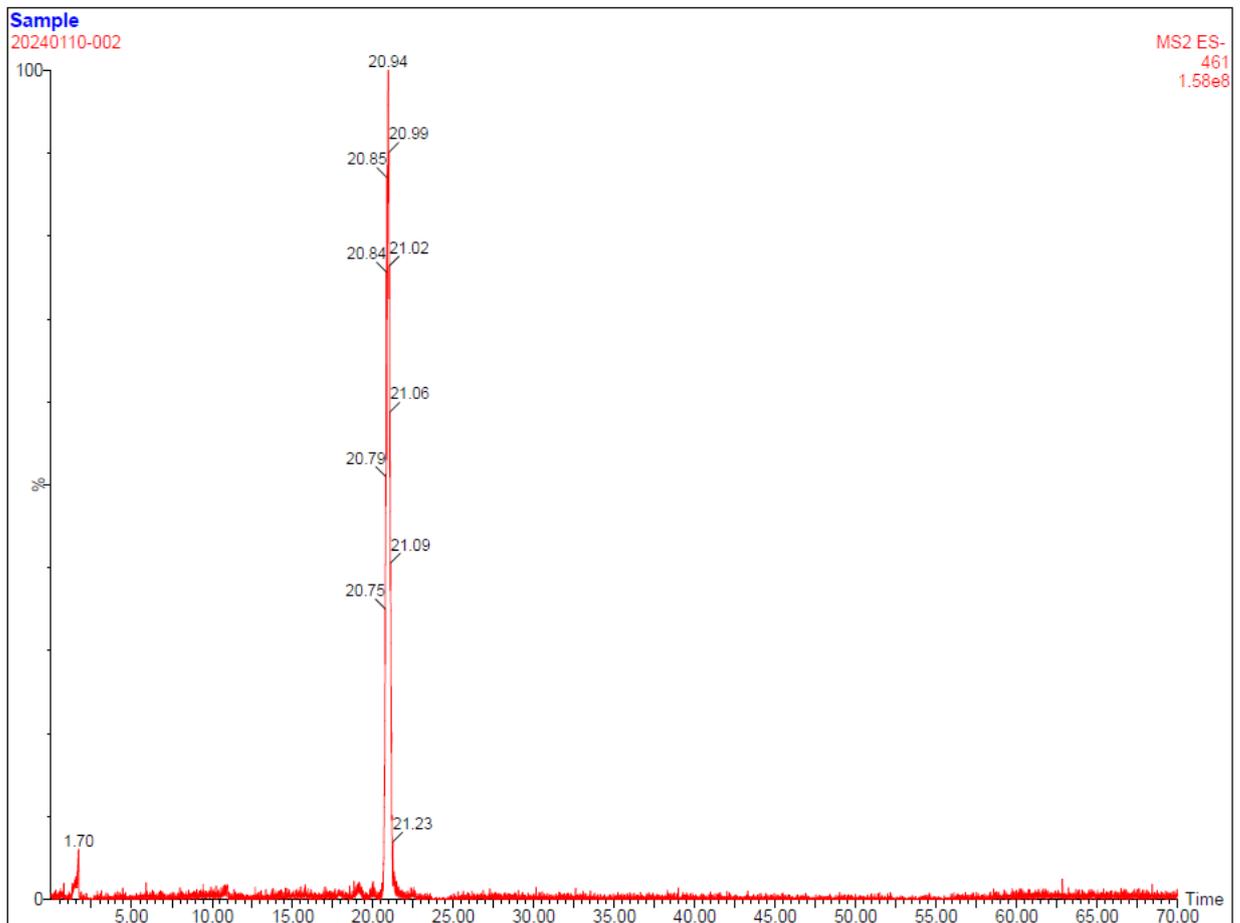




信号: FLD1A, Ex=355, Em=430

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP
	19.362	119.80	21.96	5.36			
	22.333	146.82	26.91	9.86			
	27.863	74.53	13.66	4.85			
	34.294	71.50	13.11	4.81			
	39.301	53.99	9.90	3.56			
	43.115	42.78	7.84	2.72			
	46.314	36.12	6.62	2.33			
<b>总和</b>		<b>545.55</b>					

(4) 液质谱图 (样品)



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。

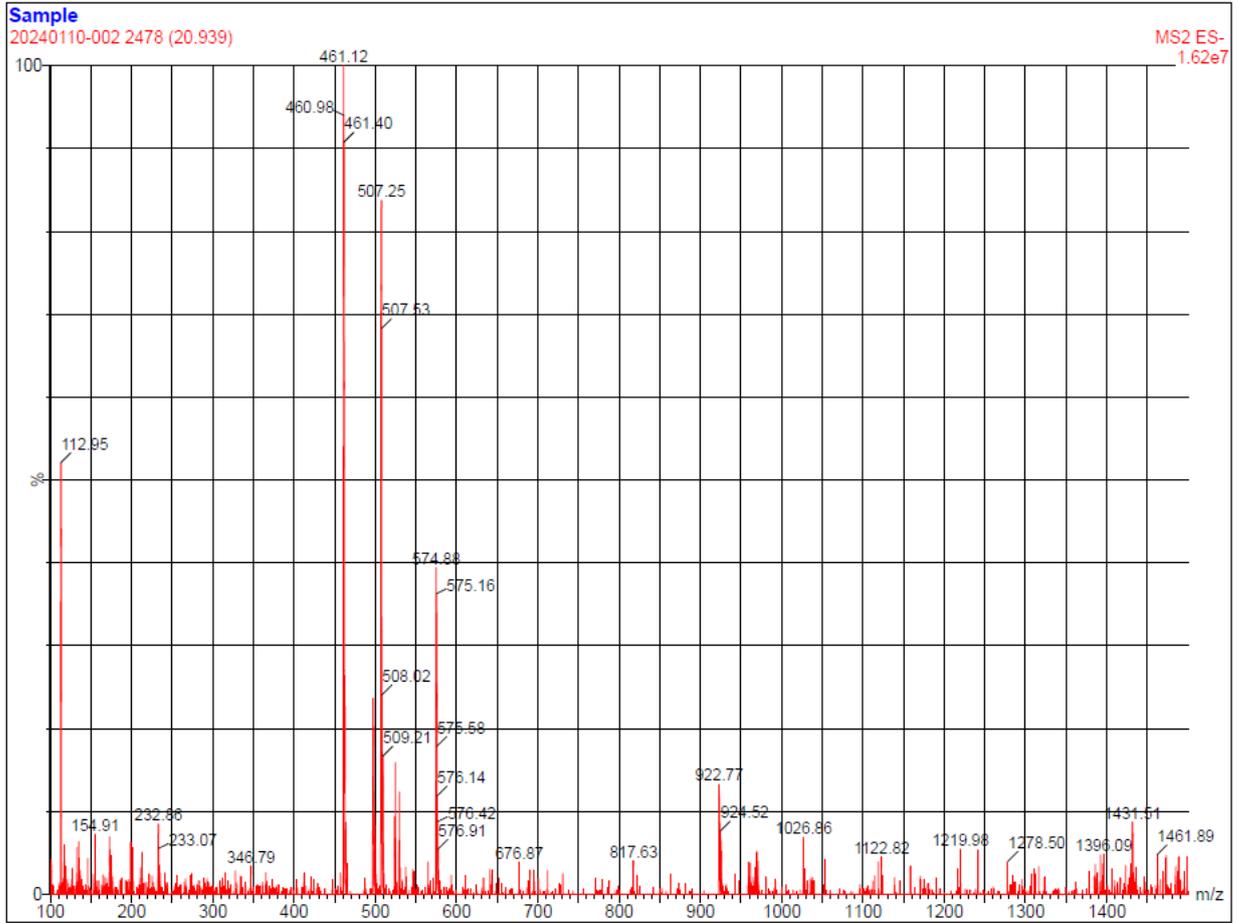
Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园.紫荆园 10 号楼

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





### 3. 结论

使用 Ultimate® HILIC Amide (4.6×150mm,3μm)，检测奶粉中低聚半乳糖，标准品的出峰情况与国标相同且在液质上扫描样品进行定性，仅能扫描到 461.17 的麦芽（二）糖，与液相图谱相对应，能满足测试要求。

报告人:Daisy

审核人:

日期:2024/01/12

