

测试报告

样品信息			
样品名称	巧克力、薯片、面包、方便面、银耳、蜂蜜、酱油、鸡蛋干、腌渍海藻	项目编号	20240301-160
样品批号	/	样品性状	/
收样日期	2024/3/10	测试期间	2024/3/11-2024/3/18
标样信息			
名称	规格	数量	
乙二胺四乙酸二钠	15mL 离心管	2 支	
实验要求			
优化前处理条件，确保回收率满足国标要求			
参考方法			
GB 5009.278-2016			
试剂信息			
试剂名称	级别	品牌	
三氯化铁	AR	麦克林	
甲醇	HPLC	月旭	
三氯甲烷	HPLC	泰坦	
四丁基溴化铵	AR	麦克林	
磷酸	AR	沪式	
盐酸	AR	沪式	
乙酸钠	AR	阿拉丁	
仪器信息			
仪器厂家		仪器型号	
赛默飞		U3000	

1. 试验过程

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 11

邮编：201600
邮编：321000
邮编：211500



1.1. 色谱条件

色谱柱	Ultimate® Plus-C18 (4.6×250mm,5μm)		
流动相	甲醇：四丁基溴化铵-乙酸钠混合溶液（pH4.0）=15:85；		
柱温	35℃		
流速	0.8 mL/min		
进样量	10 μL		
参考色谱条件	时间/min	A/%	B/%
	/	/	/
注意事项	/		

1.2. 溶液配制

1.2.1. 流动相配制：

四丁基溴化铵-乙酸钠混合溶液（pH4.0）：称取 6.45g 四丁基溴化铵、2.46g 乙酸钠，加 1000mL 水超声溶解，加入磷酸调节 pH 至 4.0；

1.2.2. 溶液配制：

乙二胺四乙酸二钠贮存液：准确称取乙二胺四乙酸二钠 100mg，用水溶解并定容到 10 mL，混匀备用；

乙二胺四乙酸二钠中间液：准确移取 1mL 乙二胺四乙酸二钠贮存液，加水定容至 10mL。

1.2.3 样品前处理 1：（巧克力、薯片、面包、鸡蛋干、腌渍海藻、方便面）

称取 5 g 样品（精确至 0.01 g）于 50 mL 离心管中，加入 25 mL 水，涡旋混匀，超声 20min，7500r/min，离心 5min，取上清液转移至另一 50 mL 离心管中；剩余残渣重复提取一次，离心后合并上清液，加水定容至 50 mL。吸取 10mL，加入 5mL 三氯甲烷，混匀后超声 20min，7500r/min，离心 5min，取上清液 5mL，加入三氯化铁溶液 0.5mL，超声 20min，过膜，上机。

1.2.4 样品前处理 2：（蜂蜜）

称取 5 g 样品（精确至 0.01 g）于 50 mL 离心管中，加水定容至 50mL 刻度，涡旋混匀，超声 20min，取上清液 5mL，加入三氯化铁溶液 0.5mL，超声 20min，过膜，上机。

1.2.4 样品前处理 3：（银耳、酱油）

称取酱油 5 g，银耳 2g（精确至 0.01 g）于坩埚中，电炉碳化，将样品用 25mL 水冲洗至 50mL 离心管中，

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 11

邮编：201600

邮编：321000

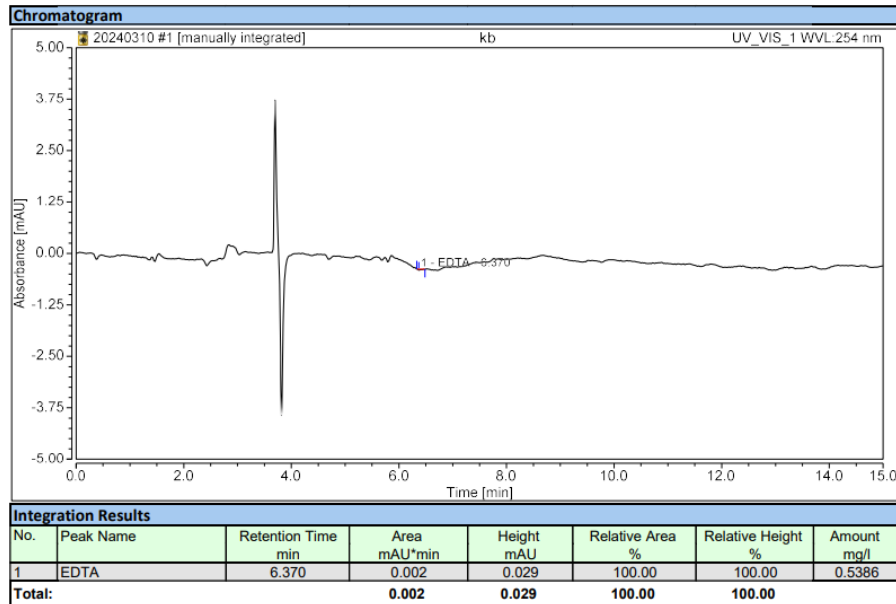
邮编：211500



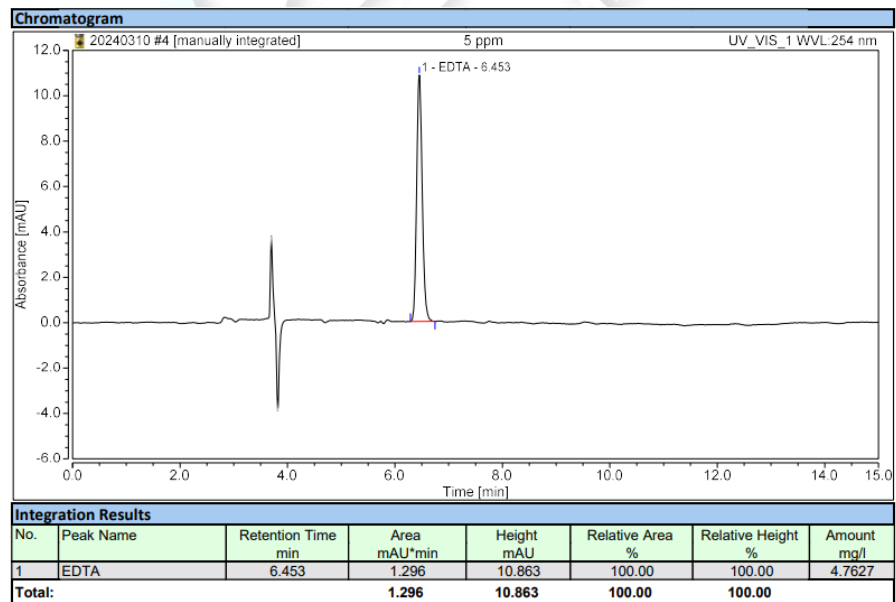
涡旋混匀，超声 20min，7500r/min，离心 5min，取上清液转移至另一 50 mL 离心管中；剩余残渣重复提取一次，离心后合并上清液，加水定容至 50 mL。取上清液 5mL，加入三氯化铁溶液 0.5mL，超声 20min，过膜，上机。

1.3. 谱图和数据

(1) 试剂空白溶液检测图谱



(2) 5 μ g/mL 标准溶液检测图谱



(3) 鸡蛋干加标溶液检测图谱

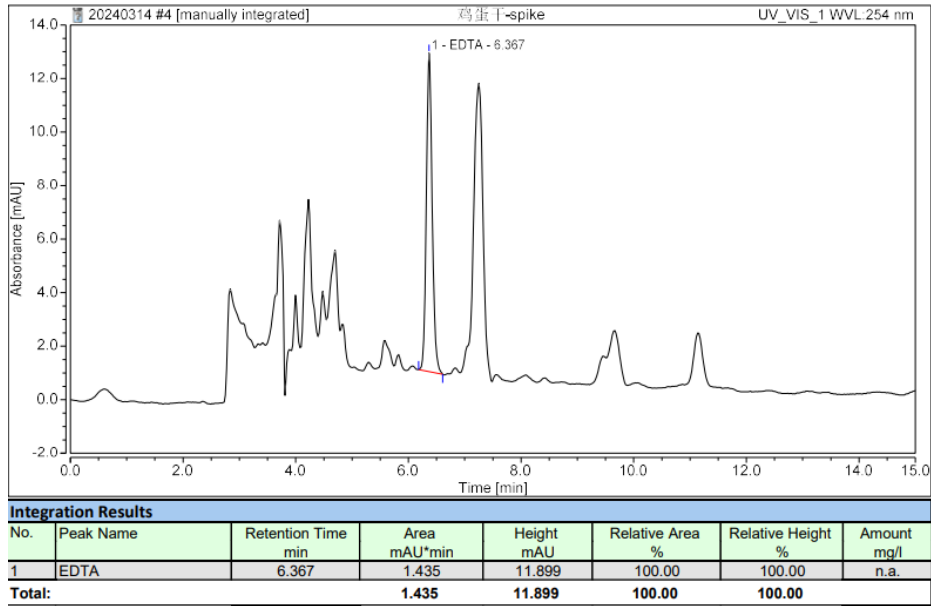
声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

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

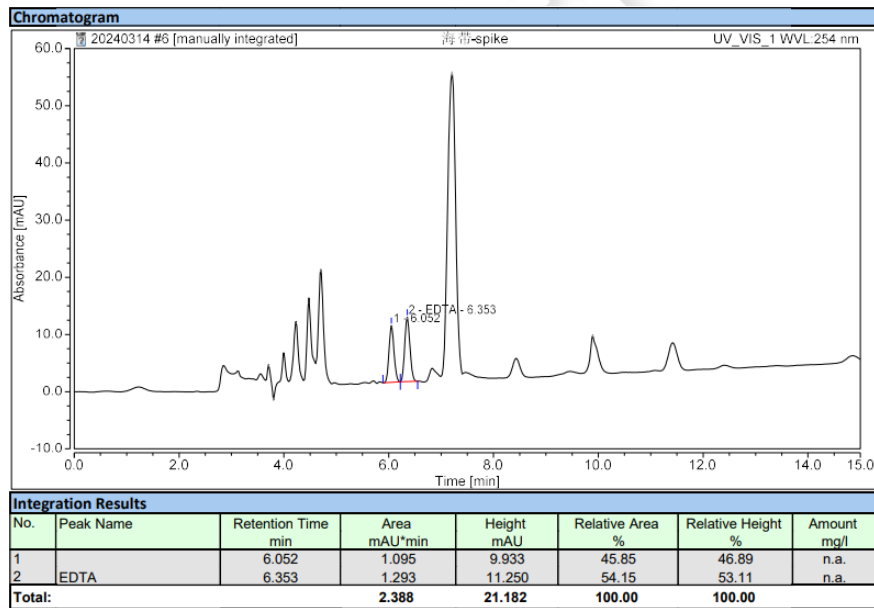
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969



(4) 腌渍海藻加标溶液检测图谱



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 4 页 共 11

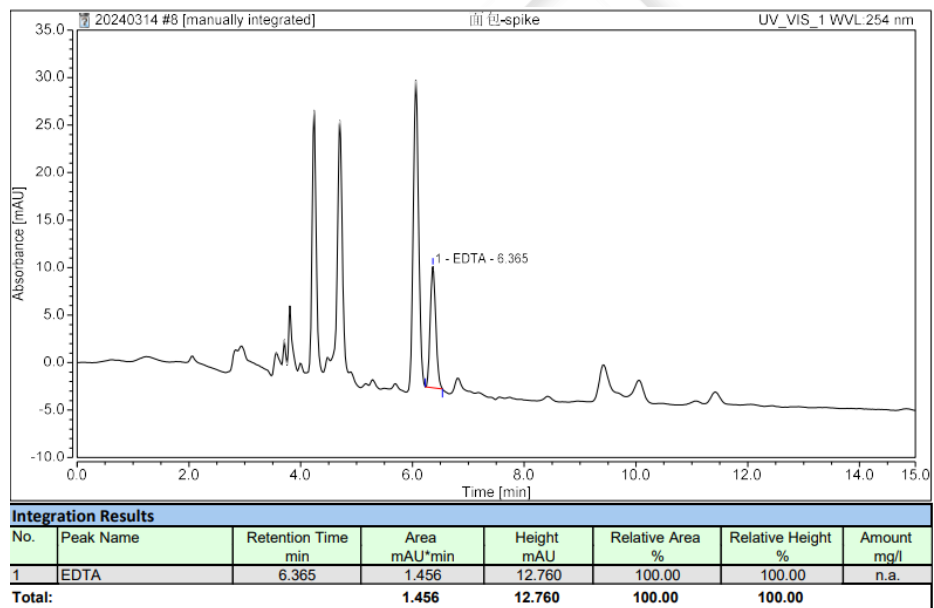
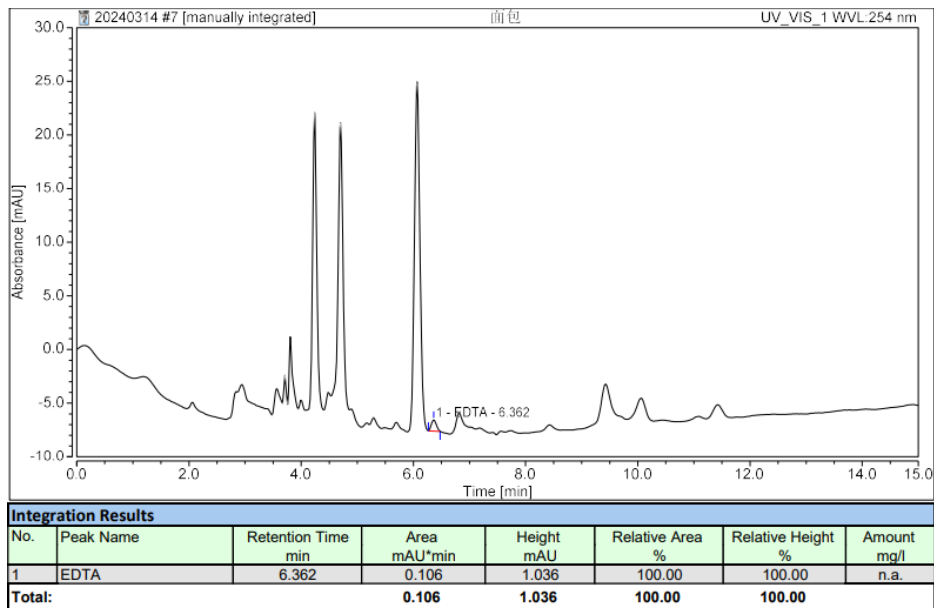
邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500



(5) 面包本底和样品加标溶液检测图谱



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 5 页 共 11

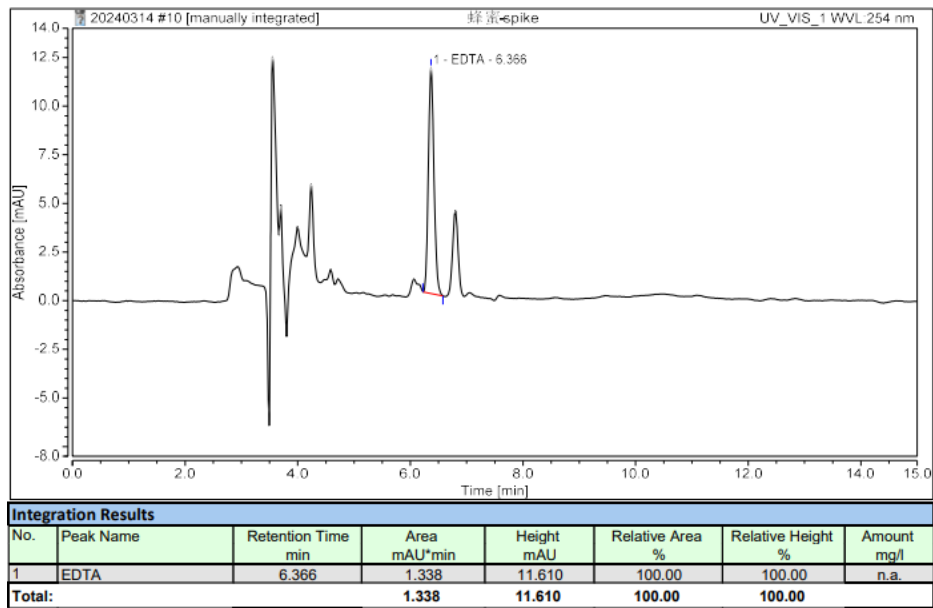
邮编：201600

邮编：321000

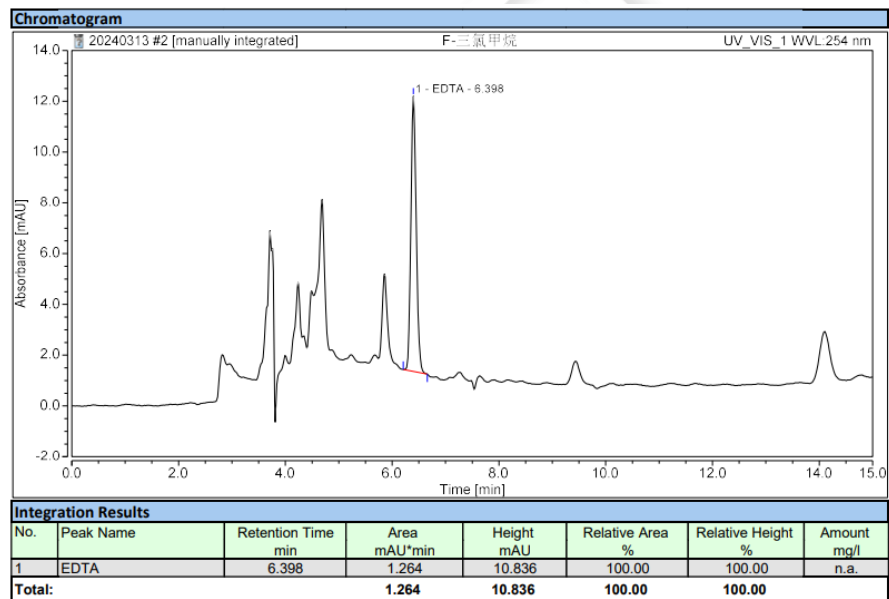
邮编：211500



(6) 蜂蜜加标溶液检测图谱



(7) 方便面加标溶液检测图谱



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 6 页 共 11

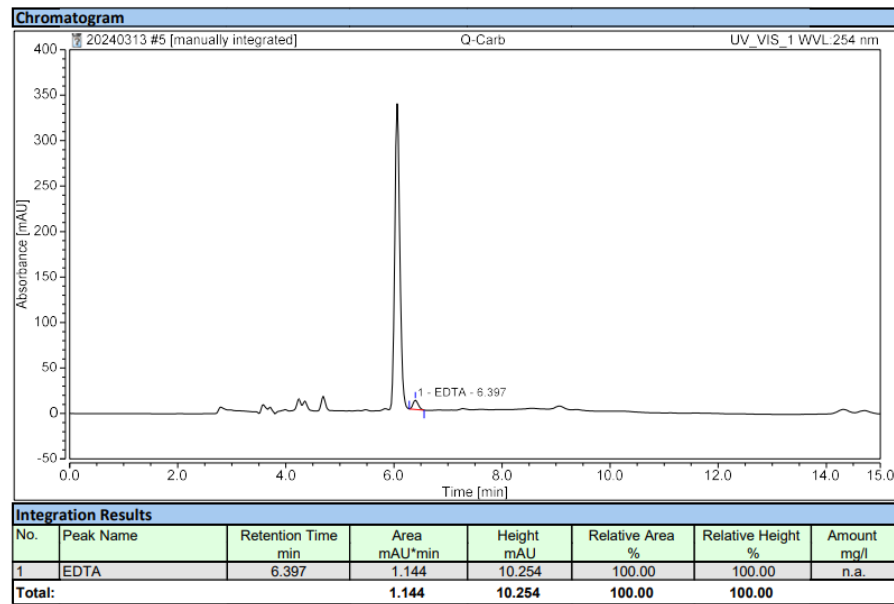
邮编：201600

邮编：321000

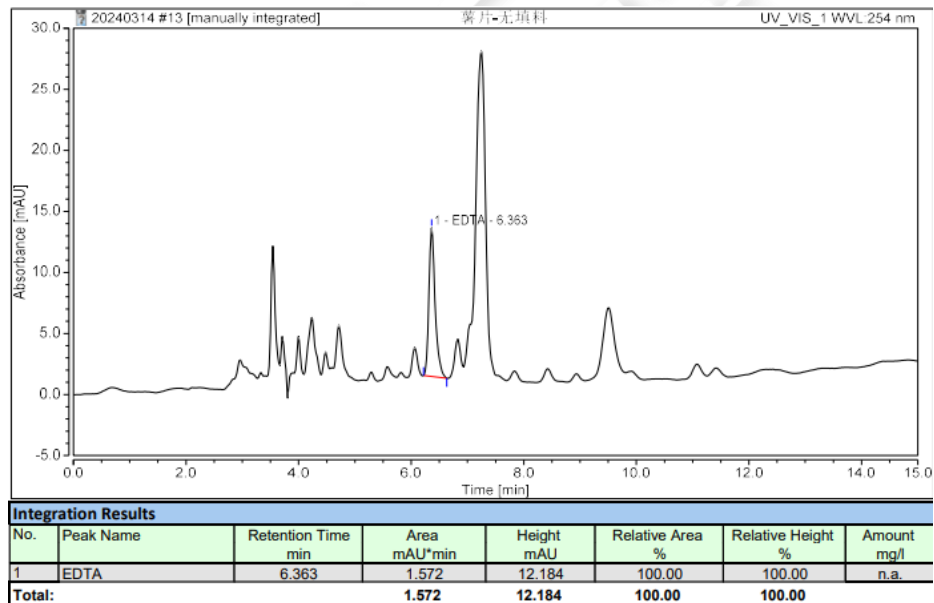
邮编：211500

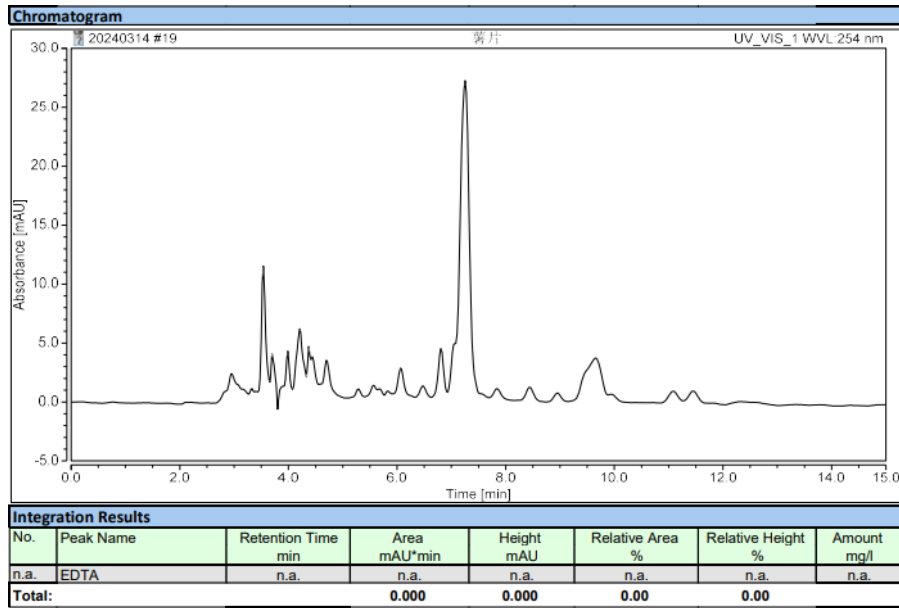


(8) 巧克力加标溶液检测图谱



(9) 薯片样品本底和加标溶液检测图谱





2.结论

经检测发现，盐含量较高的样品经过 P-SAX 时，会导致目标物无法吸附，降低回收率，现使用三氯甲烷净化方法，Ultimate® Plus-C18（4.6×250mm,5μm）分离，检测客户指定样品，回收率分别为：

序号	样品	回收率
1	巧克力	88.2%
2	薯片	121%
3	面包	104%
4	方便面	97.5%
5	蜂蜜	103%
6	鸡蛋干	111%
7	腌渍海藻	99.8%

报告人:Chilli

审核人:Tim

日期: 2024/3/18

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 8 页 共 11

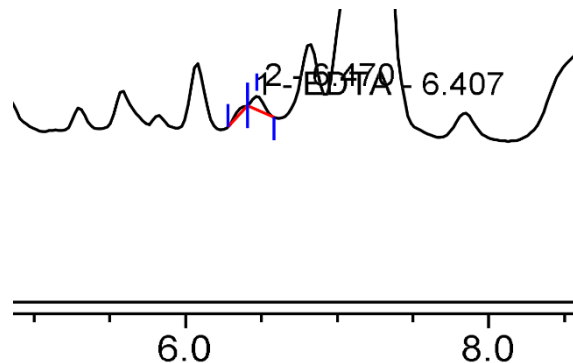
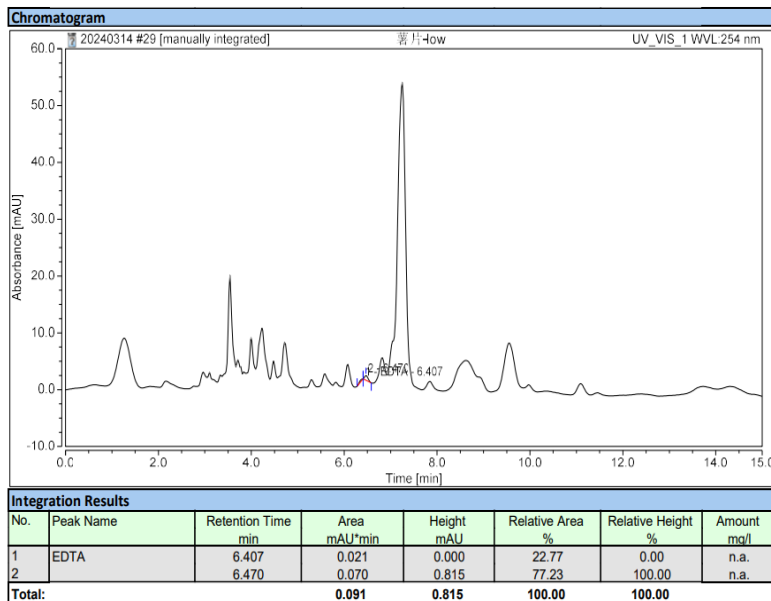
邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500

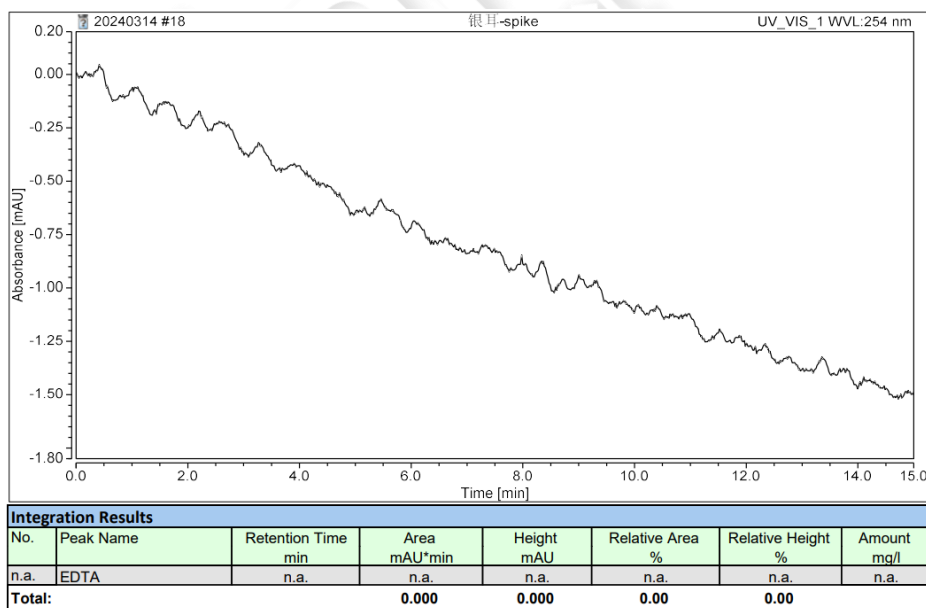
附件

1、薯片样品存在干扰，当称样量为 5g，仪器浓度为 0.5 μ g/mL 时，干扰明显



2、银耳基质尝试方法（样品为干银耳）

（1）1g 样品加水超声 20min 后，定容至 50mL，取 5mL 上清液，加入 0.5mL 氯化铁溶液，超声 20min，过膜进样；结果干扰严重。



（2）1g 样品加水超声 20min 后，定容至 50mL，取 2mL 提取液并加入 2mL 浓盐酸，68 $^{\circ}$ C 水解 15min，冷却后，调节 pH 至中性，定容至 10mL，取上清液 5mL 加 0.5mL 氯化铁溶液，超声 20min，过膜，上机。结果：有严重干扰。

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。

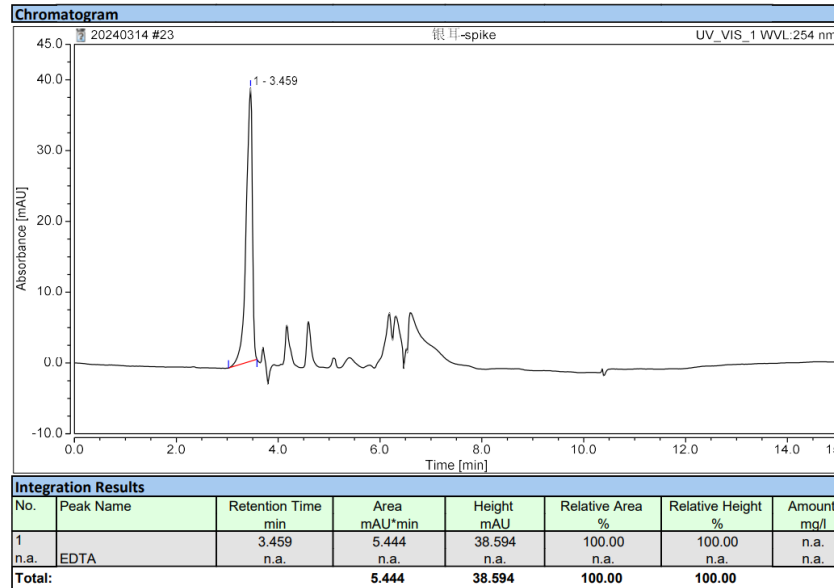
Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

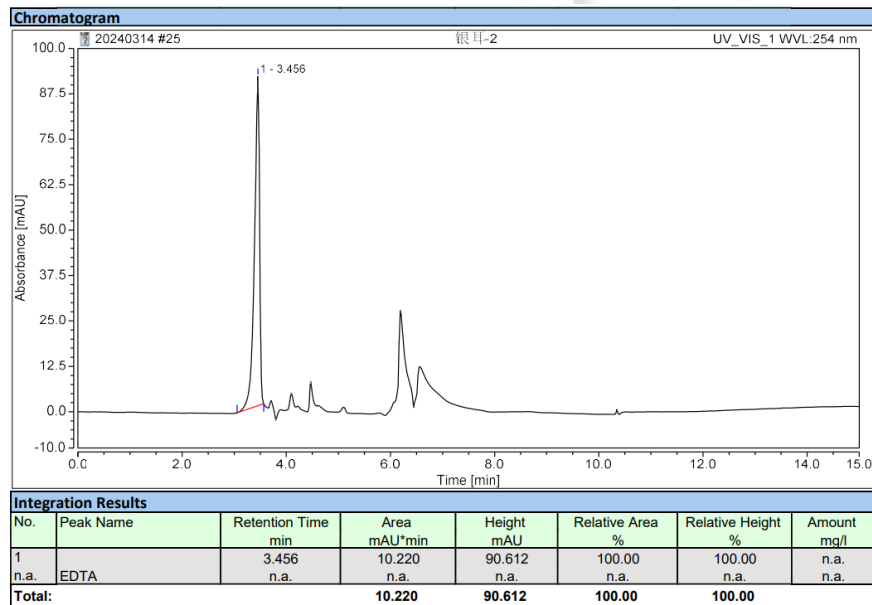
Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969





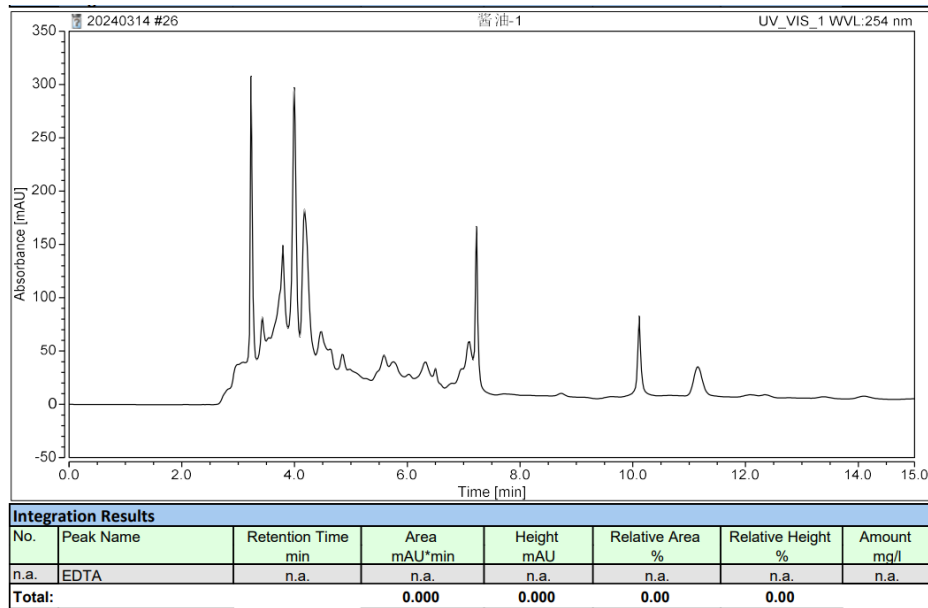
(3) 尝试将银耳碳化处理后进样，结果：并无明显改善。



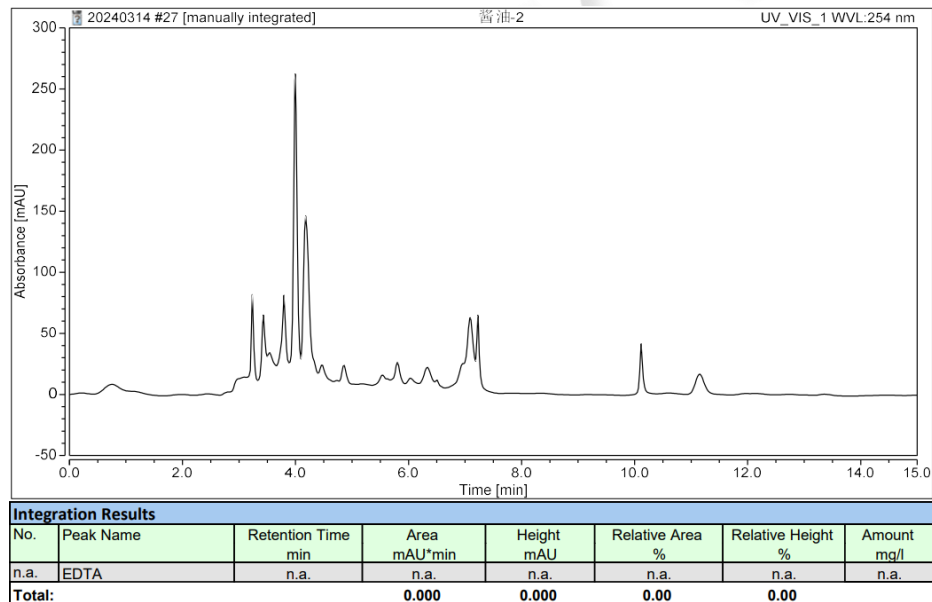
3、酱油样品尝试方法

(1) 活性炭吸附法：称取 5g 样后用 200mg 活性炭填料进行吸附，并用三氯甲烷除油，结果干扰严重。





(2) 尝试碳化处理, 去除有机物, 结果: 效果不明显。



建议后续可以考虑用微波消解或者灰化等方法去除杂质, 但需要验证 EDTA 在消解或高温环境中是否稳定。