

## 测试报告

样品信息			
样品名称	植物油	编号	Z20210913-001
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2021/09/13	测试期间	2021/09/13-09/16
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	苯并芘		
参考标准			
参考标准	GB5009.27-2016	标样	/
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱仪	仪器型号	Agilent 1260

### ● 色谱条件：

色谱柱：	月旭 Ultimate®XB-C18 (4.6×250 mm,5 μm)
流动相：	乙腈-水 (88-12)
检测器	FLD
检测波长	Ex=384nm, Em=406nm
柱温：	30 °C
流速：	1.0 mL/min
进样量：	20 μl
注意事项：	/

### ● 流动相的配置：



乙腈：1000mL 乙腈，经 0.45 $\mu$ m 滤膜抽滤，即得；

水：取 1000mL 超纯水，经 0.45 $\mu$ m 滤膜抽滤，即得；

## ● 样品溶液的配制：

苯并芘标准储备液：精密称取苯并芘 0.0010g，于 10mL 容量瓶中，加入乙腈至刻度线，混匀，溶液浓度为 100  $\mu$ g/mL；

苯并芘标准工作液：取苯并芘标准储备液 0.01 mL，于 10mL 容量瓶中，加入乙腈至刻度线，混匀，溶液浓度为 100 ng/mL；

## ● 样品的前处理

### (1) 净化液的配置：

橄榄油：精密称取橄榄油 0.5066 g 再加入 3 mL 正己烷，涡旋混匀即得；

橄榄油标准品混合：精密称取橄榄油 0.5028 g 加入 3mL 正己烷，再加入 0.05 mL 苯并芘标准工作液，涡旋混匀即得；

棕榈油：精密称取棕榈油 0.5063 g，加入 3 mL 正己烷，涡旋混匀即得；

棕榈油标准品混合：精密称取棕榈油 0.5091 g，加入 3mL 正己烷，再加入 0.05 mL 苯并芘标准工

作液，涡旋混匀即得；

金龙鱼：精密称取金龙鱼大豆油 0.5087 g 再加入 3mL 正己烷，涡旋混匀即得；

金龙鱼标准品混合：精密称取金龙鱼大豆油 0.5028g 加入 3mL 正己烷，再加入 0.05mL 苯并芘标准工作液，涡旋混匀即得；

### (2) 净化步骤：

SPE 柱：月旭 Welchrom<sup>®</sup> Bap-2 固相萃取柱，规格：500 mg/6mL。

活化：5mL 二氯甲烷，5mL 正己烷，弃去；

上样：将待净化液加入 Bap-2 小柱上，并用 2 mL 正己烷润洗盛放样品的离心管，确保完全上样；

淋洗：用 10mL 正己烷淋洗弃去；

洗脱：5mL 二氯甲烷洗脱，收集于 15mL 离心管中，压干；

浓缩：将洗脱液在 40 $^{\circ}$ C 水浴下氮气吹近干，用乙腈溶解并定容至 1mL，过 0.22 $\mu$ m 有机滤头，待 HPLC 检测；



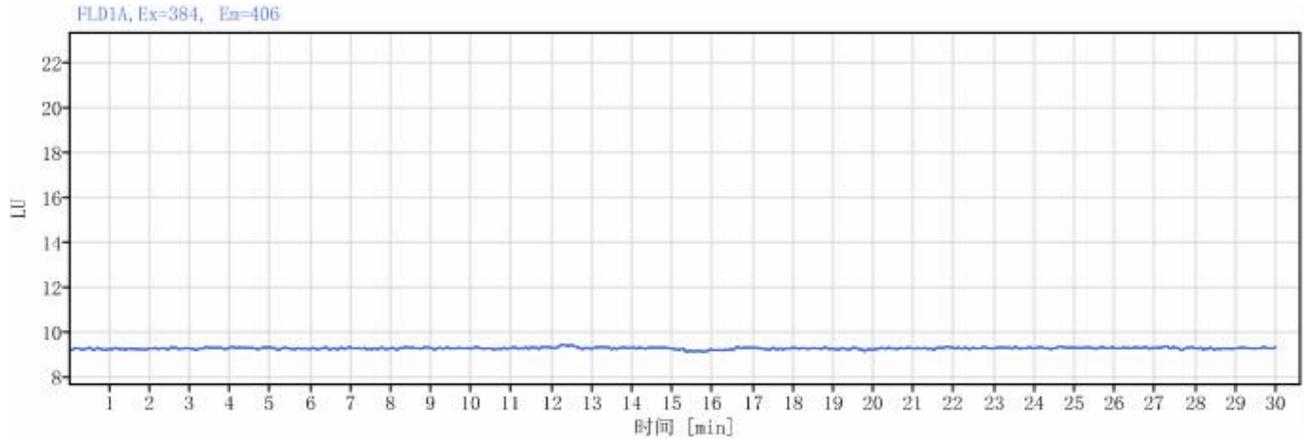
(3) 注意事项:

加标水平：0.5g 样中加入 50 $\mu$ L 100 ng/mL，加标水平为 10 $\mu$ g/kg，机读数为 5 ng/mL。

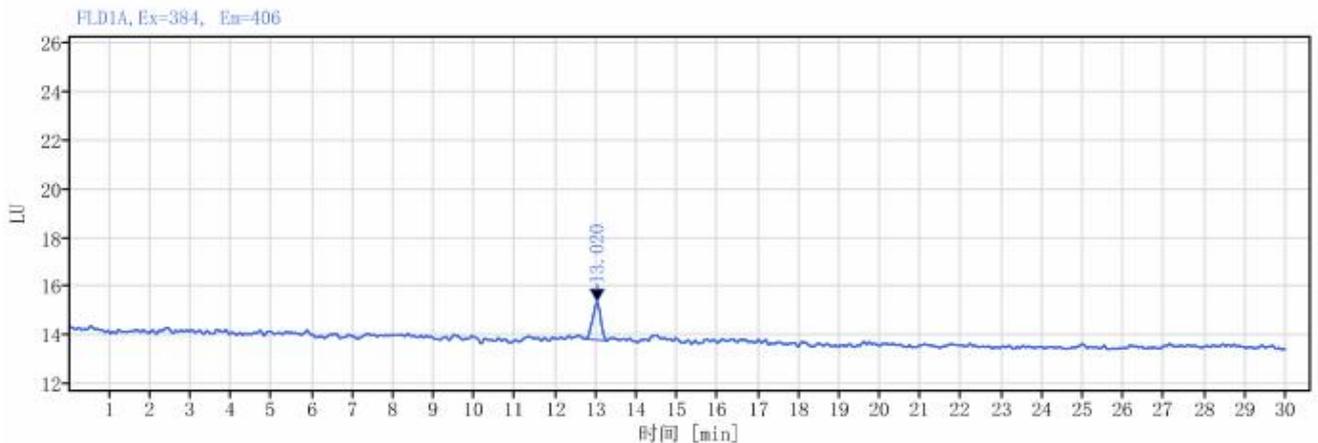
● 谱图和数据

使用仪器：Agilent 1260 月旭 Ultimate<sup>®</sup>XB-C18 (4.6 $\times$ 250 mm,5  $\mu$ m)

(1) 空白



(2) 苯并芘定位

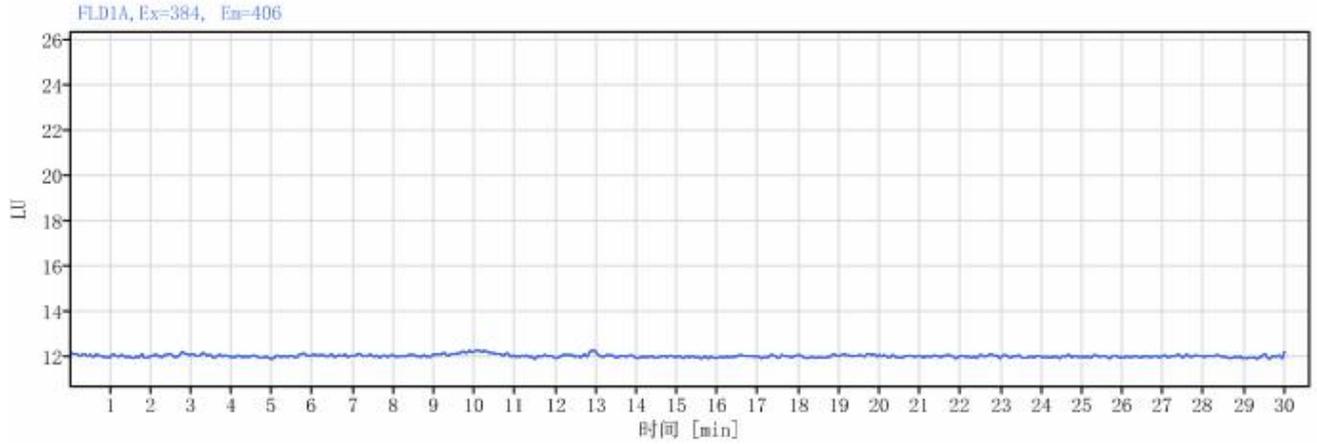


信号： FLD1A, Ex=384, Em=406

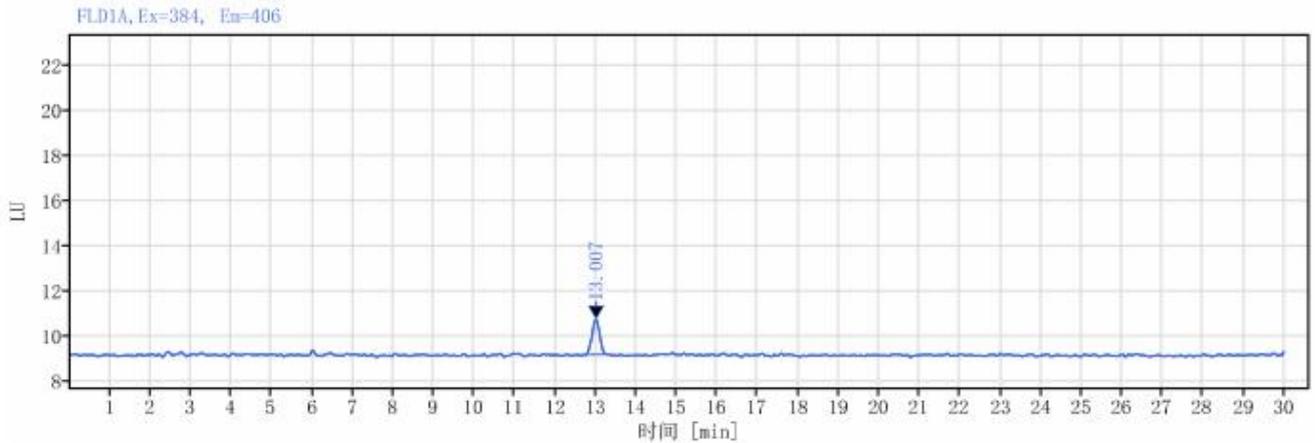
保留时间 [min]	峰面积	峰高	峰 分离度 USP	峰 拖尾因子	峰 理论塔板数 USP
13.020	21.10	1.54		0.87605	18465.00403
<b>总和</b>	<b>21.10</b>				

(3) 橄榄油





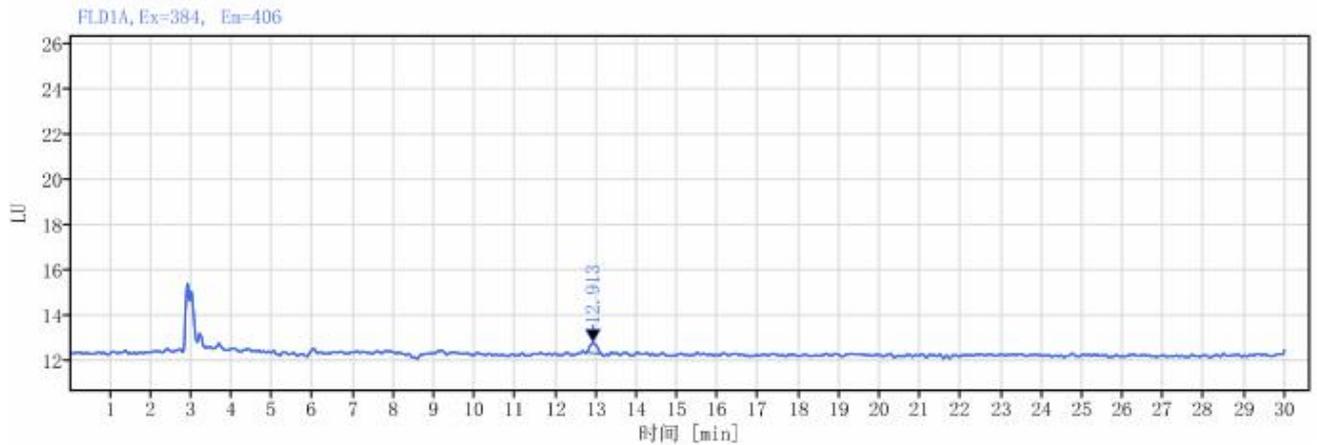
(4) 橄榄油+标



信号: FLD1A, Ex=384, Em=406

保留时间 [min]	峰面积	峰高	峰 分离高度 USP	峰 拖尾因子	峰 理论塔板数 USP
13.007	20.38	1.56		0.99841	21748.37083
<b>总和</b>	<b>20.38</b>				

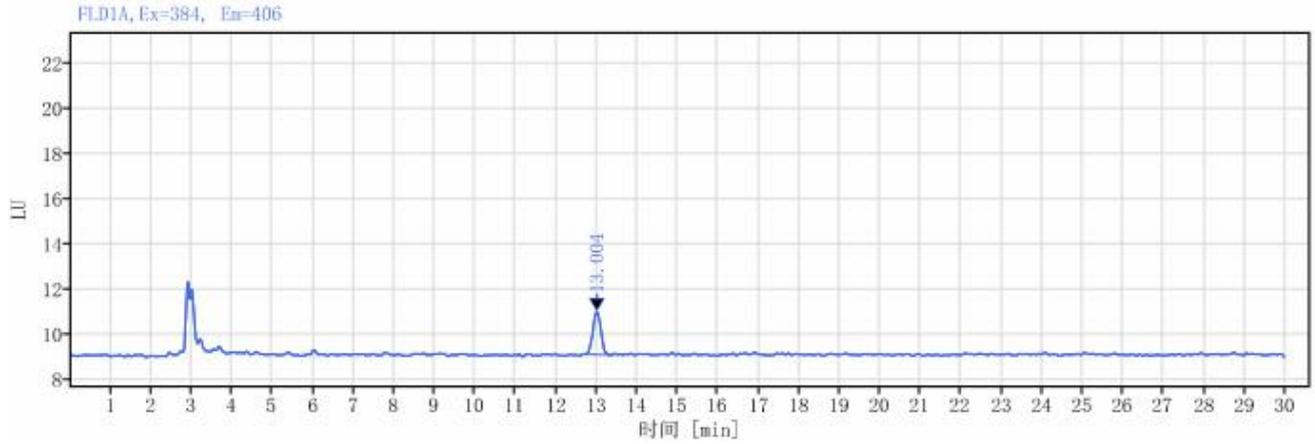
(5) 棕榈油



信号: FLD1A, Ex=384, Em=406

保留时间 [min]	峰面积	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP
12.913	5.72	0.46		1.07975	22690.50203
<b>总和</b>	<b>5.72</b>				

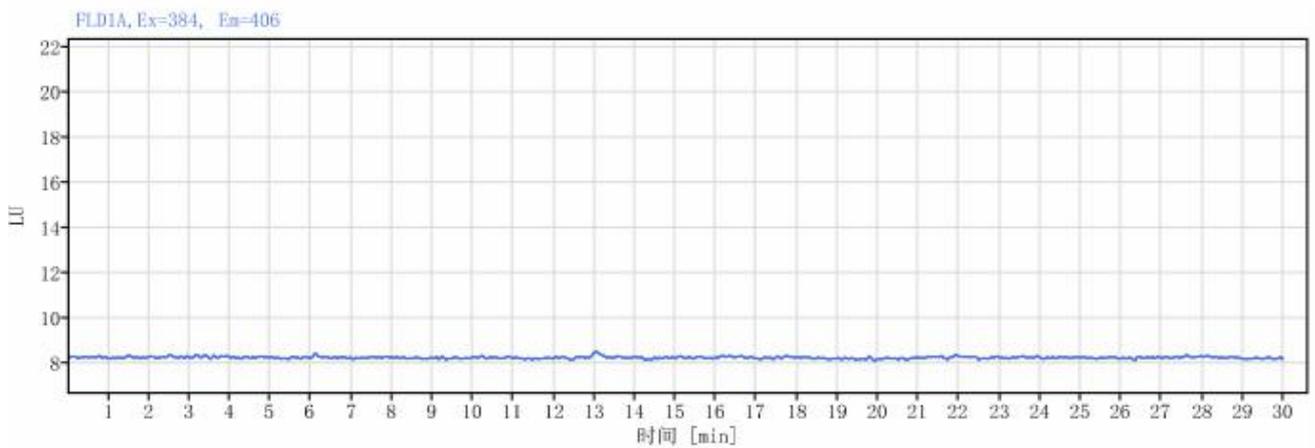
(6) 棕榈油+标



信号: FLD1A, Ex=384, Em=406

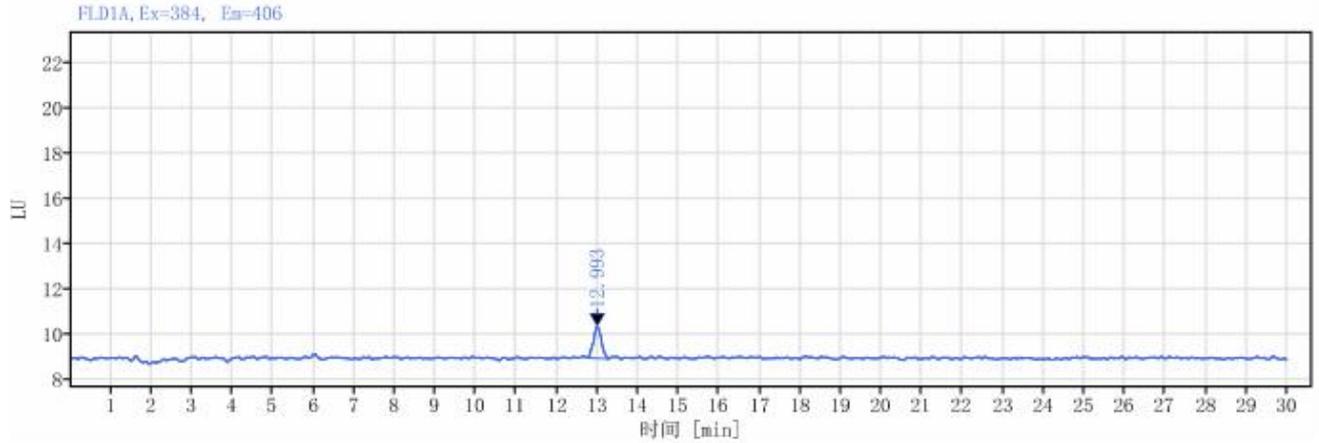
保留时间 [min]	峰面积	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP
13.004	26.10	1.90		0.99918	19910.07717
<b>总和</b>	<b>26.10</b>				

(7) 金龙鱼



(8) 金龙鱼+标





信号: FLD1A, Ex=384, Em=406

保留时间 [min]	峰面积	峰高	峰 分离度 USP	峰 拖尾因子	峰 理论塔板数 USP
12.993	19.12	1.39		1.02278	21927.53213
<b>总和</b>	<b>19.12</b>				

● 结论:

物质	回收率
橄榄油	96.59%
棕榈油	96.59%
金龙鱼大豆油	90.62%

使用月旭 Ultimate®XB-C18 (4.6×250 mm,5 μm)色谱柱, 月旭 Welchrom® Bap-2, 500mg/6mL 规格的小柱, 在此色谱条件下, 能符合检测要求。

报告日期: 2021.09.16

