

## 测试报告

样品信息			
样品名称	卵泡冲洗液	项目编号	20240904-870
样品批号	/	样品性状	/
收样日期	2024/09/10	测试期间	2024/09/19-2024/09/24
标样信息			
名称	规格	数量	
硫酸庆大霉素	含水量 10%	1	
实验要求			
方法可实现样品中庆大霉素的测定			
参考方法			
客户			
试剂信息			
试剂名称	级别	品牌	
硼酸	AR	麦克林	
乙腈	HPLC	月旭	
Fmoc-CI 衍生化试剂	AR	安谱	
甘氨酸	AR	Sigma	
氢氧化钠	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

## 1.1. 色谱条件

仪器信息	赛默飞 U3000
色谱柱	Ultimate® Plus C18 (4.6×100mm, 3.5 μm)
流动相	A:水; 乙腈=5: 95;
柱温	30℃

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 10

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500



检测器	UV		
波长	265 nm		
流速	1 mL/min		
进样量	20 $\mu$ L		
参考色谱条件	时间/min	A/%	B/%
	0.0	5	95
	20	5	95

### 1.3. 溶液配制

#### 1.3.1. 溶液配制：

流动相 A：取 1000 mL 乙腈，抽滤过 0.45  $\mu$ m 滤膜即得；

0.2 mol/L 硼砂缓冲液（pH=8.0）：称取 1.24 g 硼酸（ $H_3BO_3$ ），溶解于 70 mL 纯化水中，使用 1 mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 至 8.0，最后用纯化水定容至 100 mL；

8 mmol/L Fmoc-Cl 衍生化试剂：称取 207 mg Fmoc-Cl(摩尔质量为 258.7 g/mol)于小烧杯中，加入适量乙腈搅拌溶解，转移至 100 mL 容量瓶中，乙腈定容至刻度，混匀，于 4  $^{\circ}$ C 中避光保存；

0.1 mol/L 甘氨酸溶液：称取 75.07 mg 甘氨酸（摩尔质量为 75.07 g/mol）于小烧杯中，加入适量纯化水搅拌溶解，转移至 10 mL 容量瓶中，定容至刻度线，混匀，于 4  $^{\circ}$ C 中避光保存。

#### 1.4 样品溶液：

##### 1.4.1 标准曲线溶液：

2 mg/mL 硫酸庆大霉素母液：准确称取硫酸庆大霉素 10 mg，适量水溶解后定容至 10 mL；

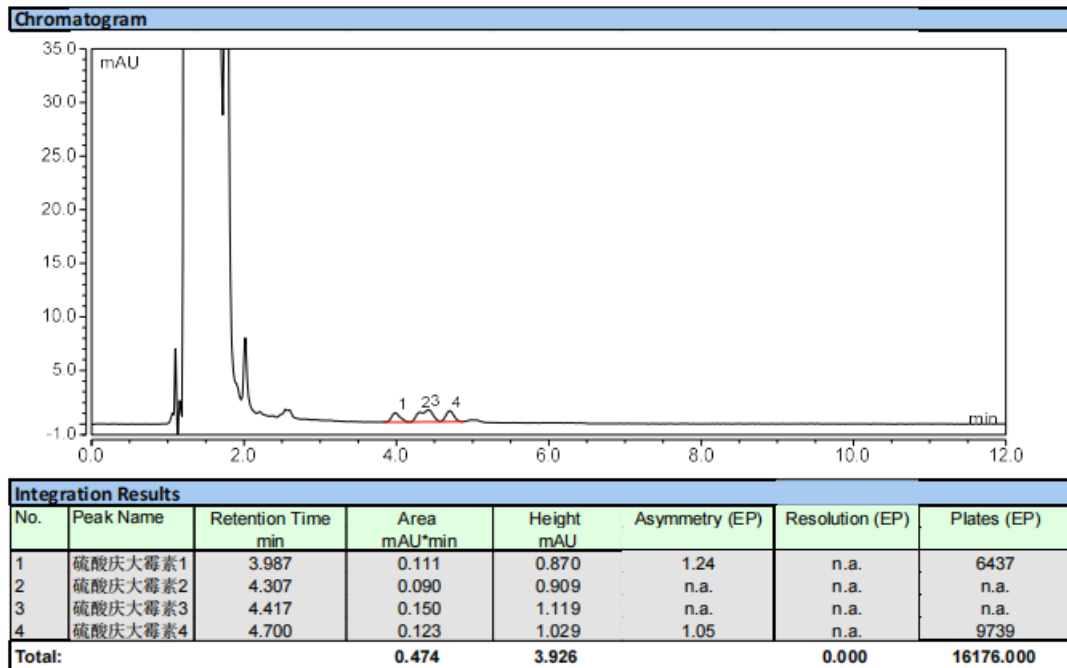
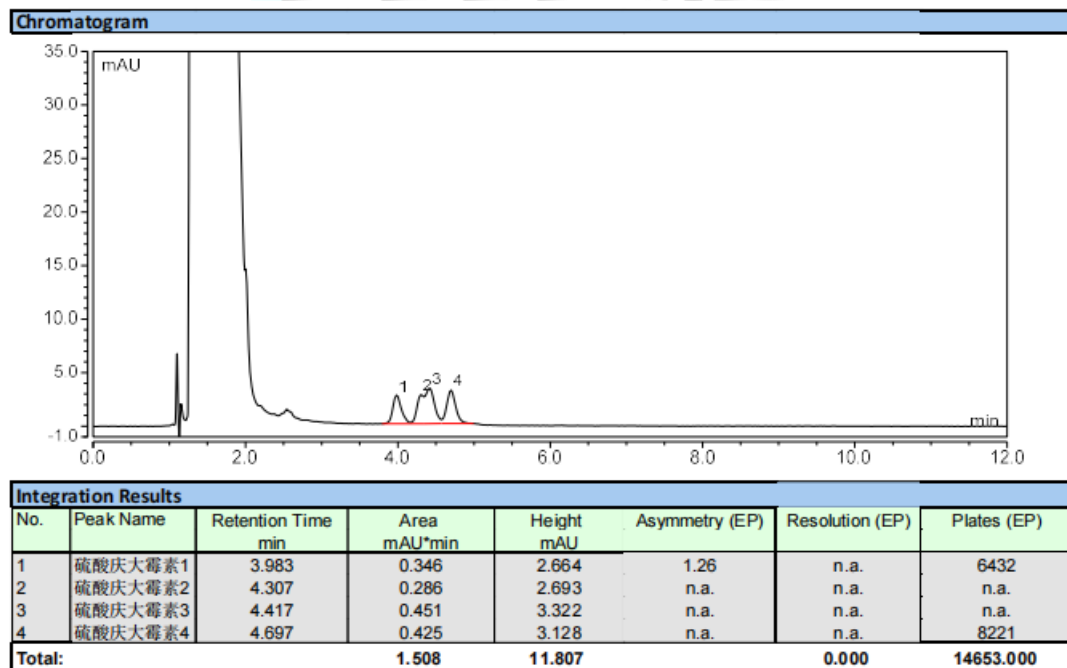
精密量取 5、15、50、125  $\mu$ L 硫酸庆大霉素母液于 10 mL 容量瓶中，流动相定容至刻度，混匀，配置成浓度为 1.0、3.0、10.0、25.0  $\mu$ g/mL 的对照品工作溶液；

##### 1.4.2 供试品溶液：

准确移取卵泡冲洗溶液 100  $\mu$ L、100  $\mu$ L 乙腈、100  $\mu$ L 硼砂缓冲液、100  $\mu$ L Fmoc-Cl 衍生化试剂，涡旋混匀 30 s，置于暗处反应 15 min 后，再加入 20  $\mu$ L 甘氨酸，涡旋混匀 30 s，反应结束；此外将标准工作溶液同样进行上述衍生化处理。



## 1.5 谱图与结果:

(1) 1.0  $\mu\text{g/mL}$  的对照品工作溶液:(2) 3.0  $\mu\text{g/mL}$  的对照品工作溶液:(3) 10.0  $\mu\text{g/mL}$  的对照品工作溶液:

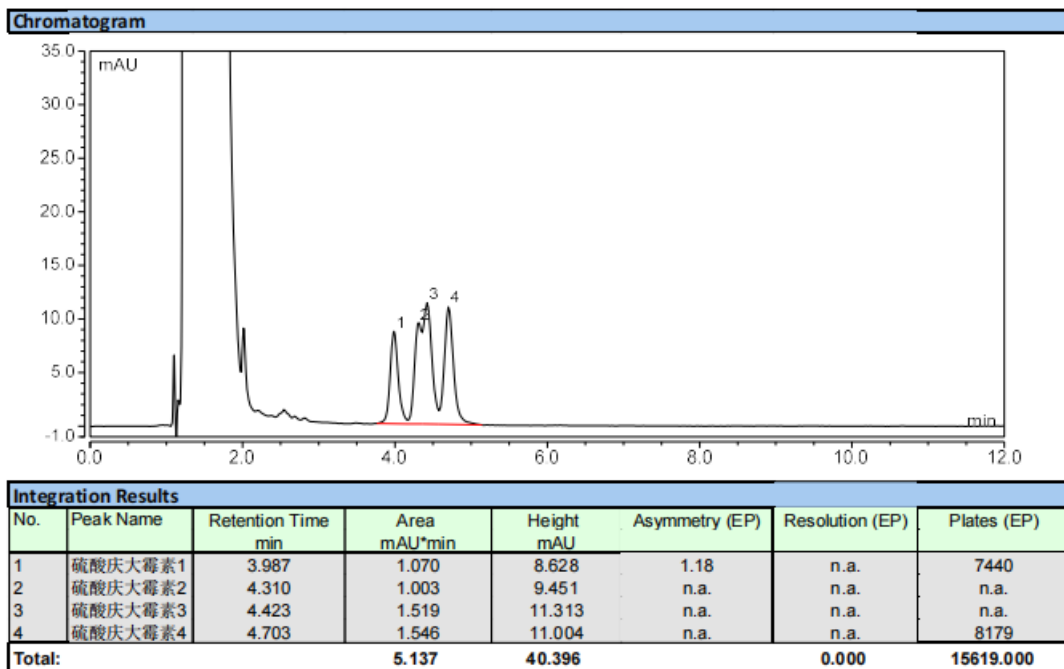
声明: 除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

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

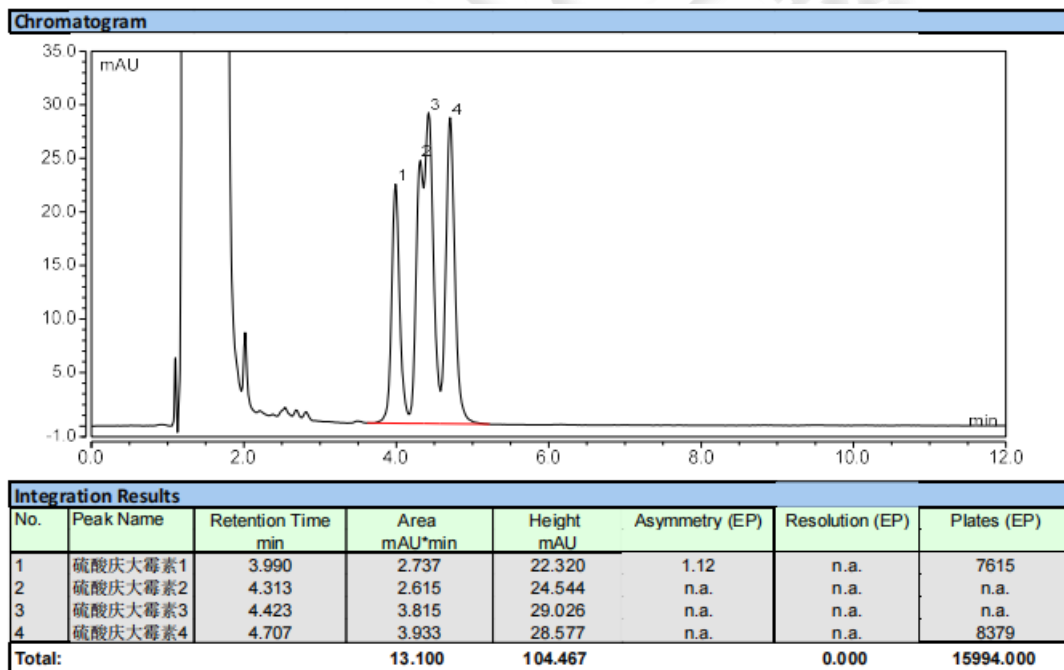
Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add: 江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel: 400-810-6969



(4) 25.0 µg/mL 的对照品工作溶液:



(5) 供试品溶液:

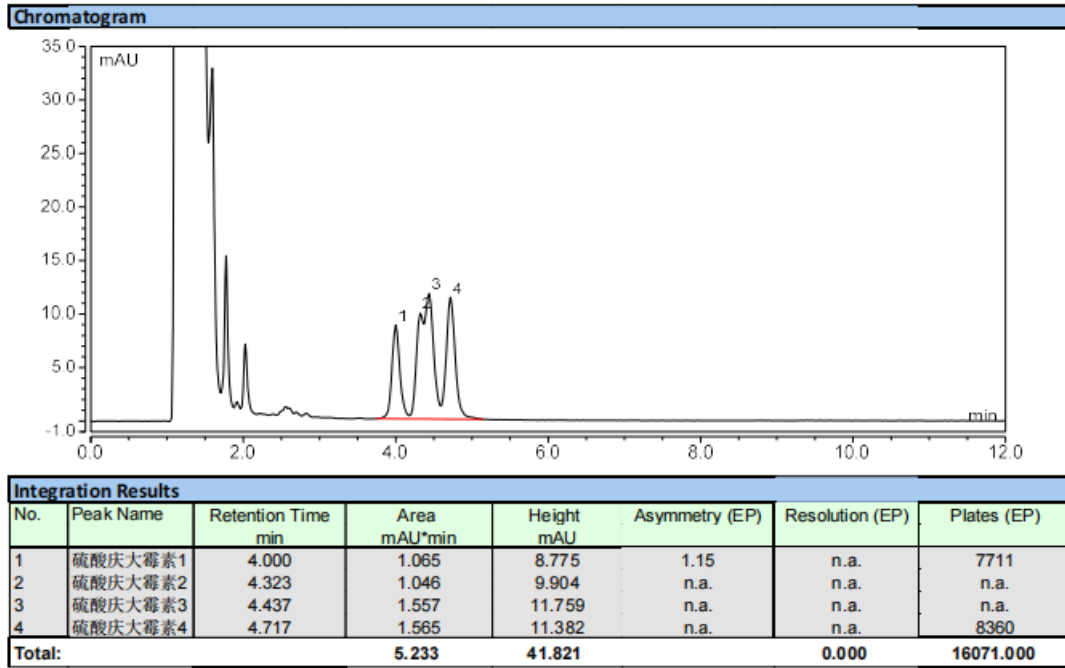
声明: 除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

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

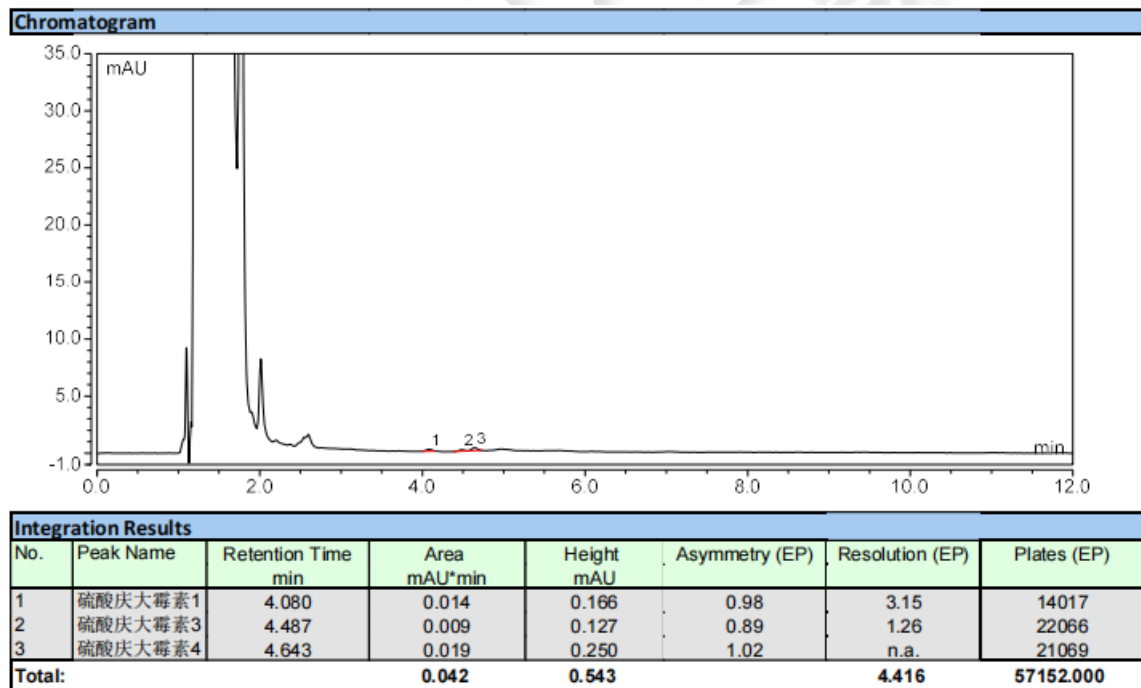
Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add: 江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel: 400-810-6969



(6) 空白溶液:



1.6 标准曲线:

1.6.1 硫酸庆大霉素 1:

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

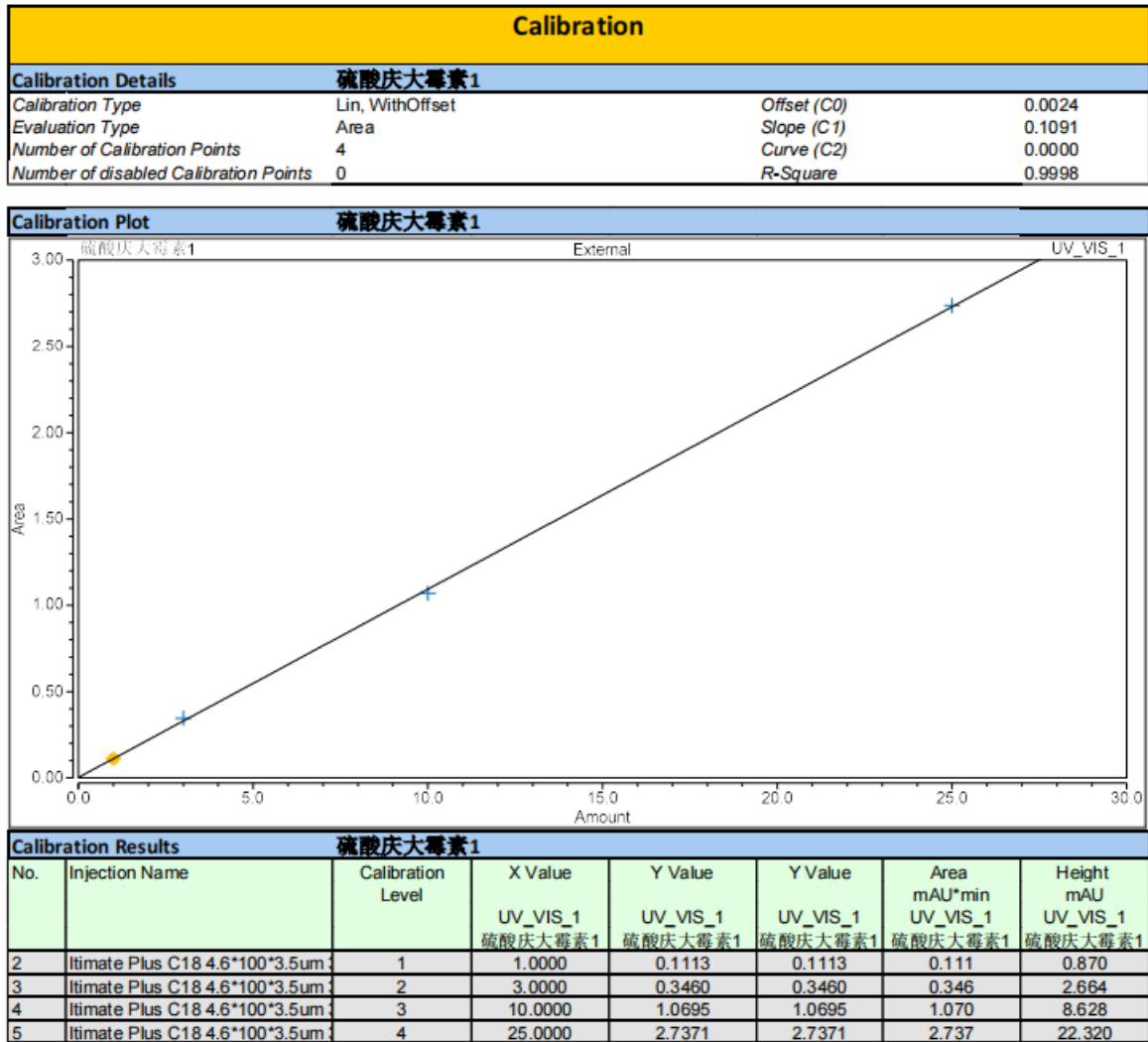
第 5 页 共 10

邮编：201600

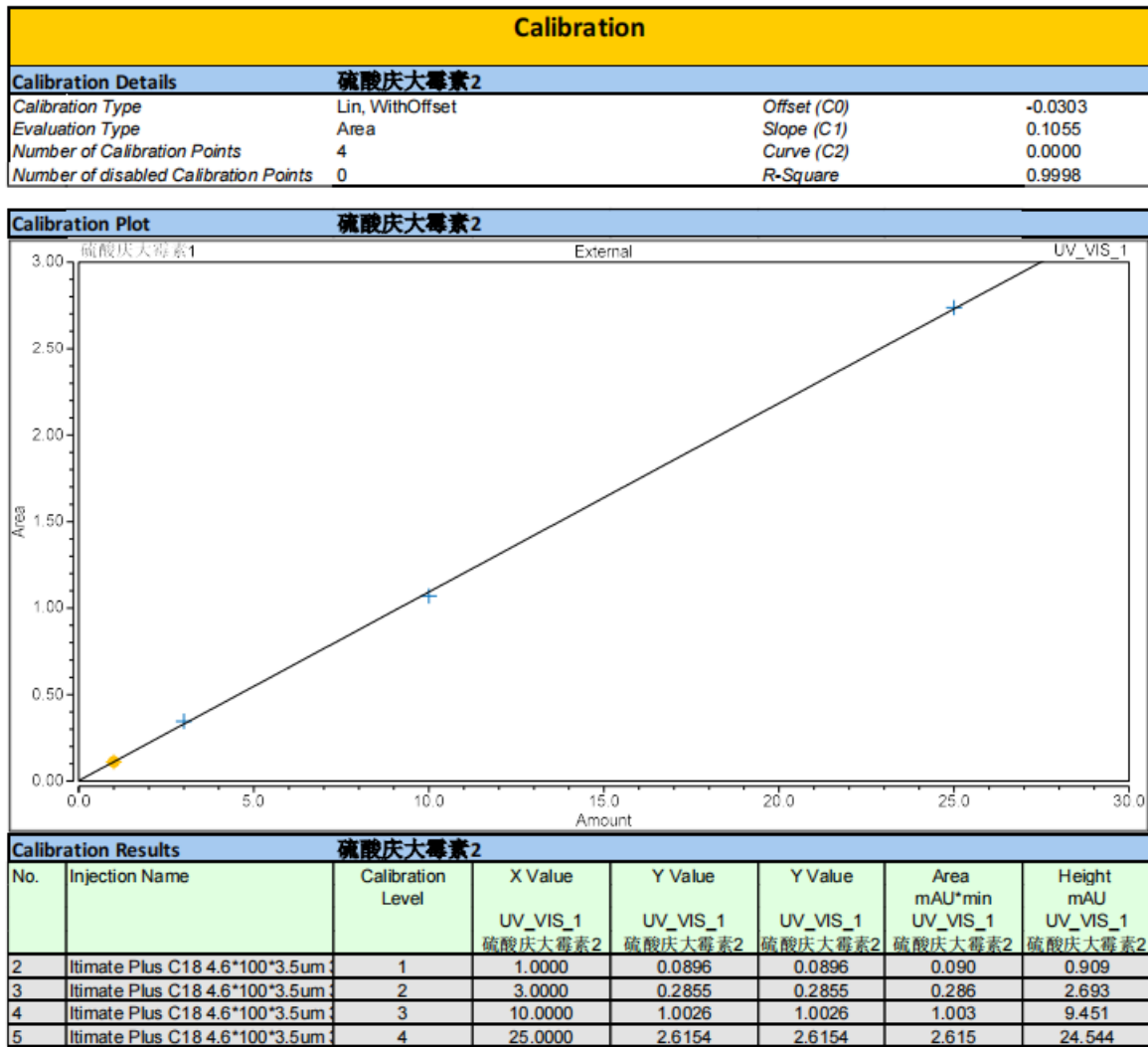
邮编：321000

邮编：211500





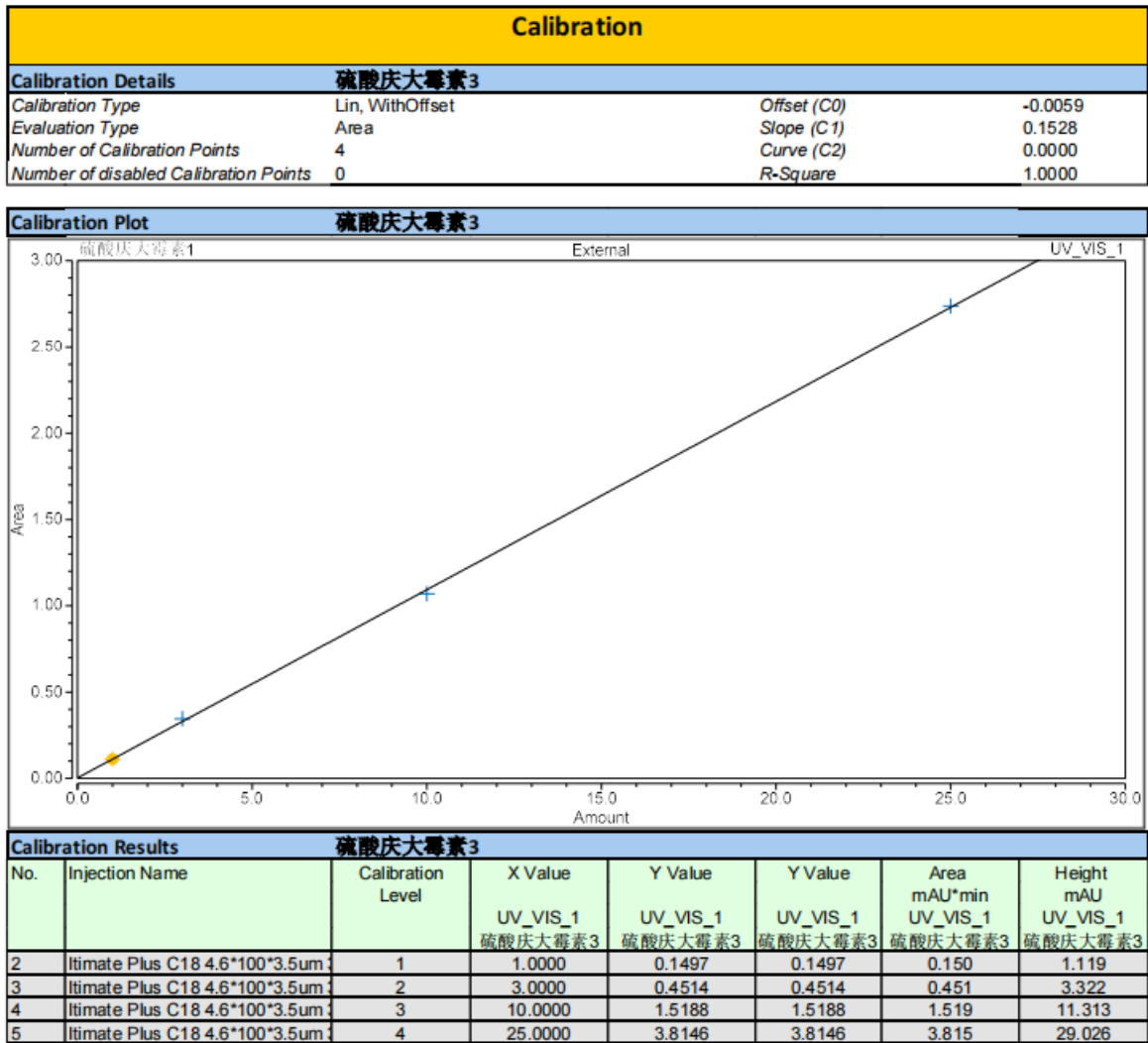
## 1.6.2 硫酸庆大霉素 2:



### 1.6.3 硫酸庆大霉素 3:







## 1.6.4 硫酸庆大霉素 4:

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

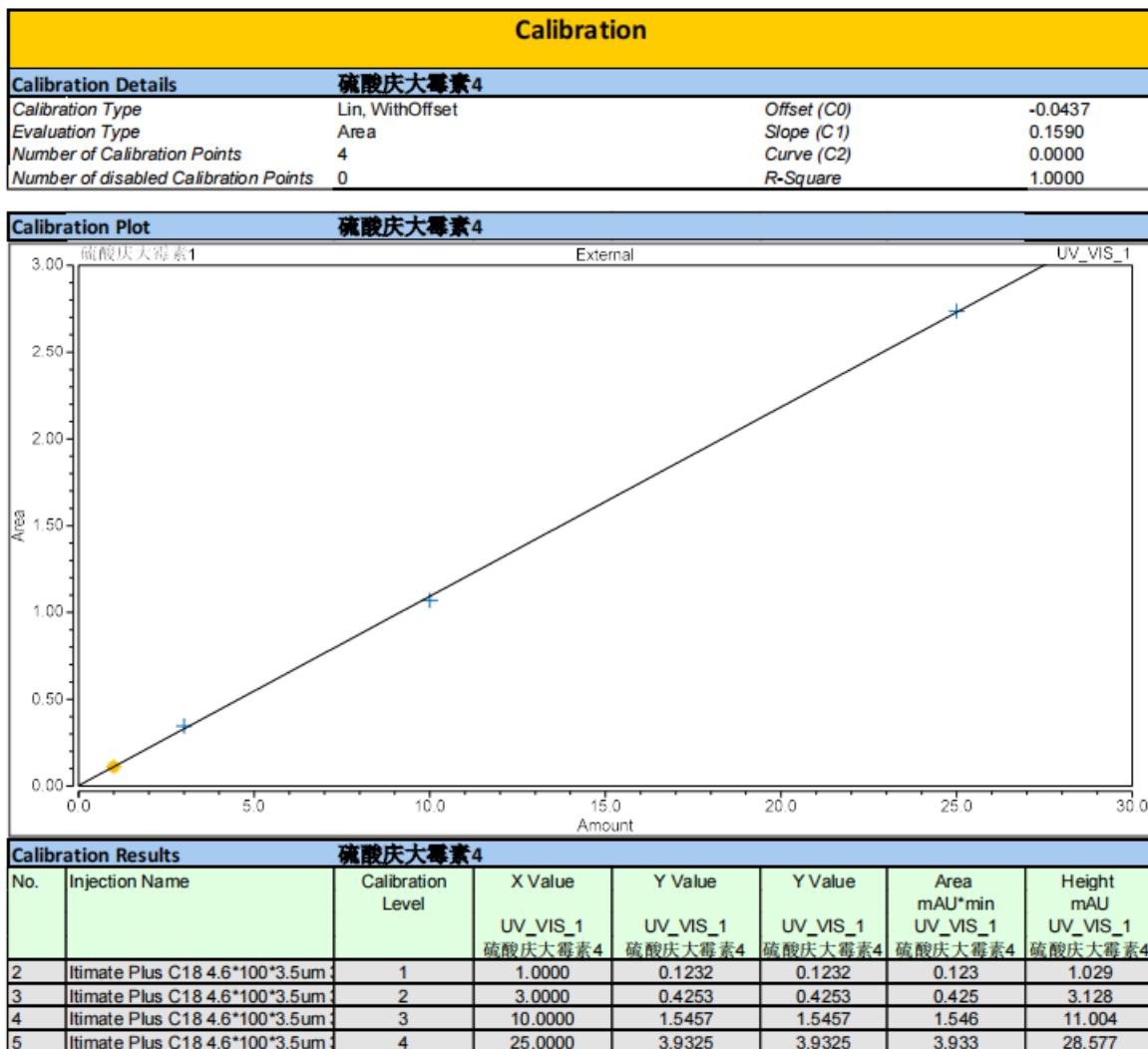
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969







### 1.6.5 结果:

No.	Injection Name	Ret.Time min UV_VIS_1 硫酸庆大霉素1	Area mAU*min UV_VIS_1 硫酸庆大霉素1	Height mAU UV_VIS_1 硫酸庆大霉素1	Amount UV_VIS_1 硫酸庆大霉素1	Rel.Area % UV_VIS_1 硫酸庆大霉素1	Peak Type UV_VIS_1 硫酸庆大霉素1
1	Ultimate Plus C18 4.6*100*3	4.080	0.014	0.166	0.104	32.28	BMB*
2	Ultimate Plus C18 4.6*100*3	3.987	0.111	0.870	0.999	23.50	BMB*
3	Ultimate Plus C18 4.6*100*3	3.983	0.346	2.664	3.150	22.94	BM*
4	Ultimate Plus C18 4.6*100*3	3.987	1.070	8.628	9.783	20.82	BM*
5	Ultimate Plus C18 4.6*100*3	3.990	2.737	22.320	25.069	20.89	BM*
6	Ultimate Plus C18 4.6*100*3	4.000	1.065	8.775	9.740	20.35	BM*
7	Ultimate Plus C18 4.6*100*3	4.003	1.067	8.740	9.761	20.43	BM*

1 号样品为空白溶液、2 号样品为 1.0 µg/mL 的对照品工作溶液、3.0 µg/mL 的对照品工作溶液、10.0 µg/mL 的对照品工作溶液、25 µg/mL 的对照品工作溶液、供试品溶液 1、供试品溶液 2。

### 2 结论:

使用月旭 Ultimate® Plus C18 (4.6×100mm,3.5 µm) 色谱柱进样对照品与供试品溶液，庆大霉素经此方法衍生

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



后会出现 4 个目标峰，且第二、三目标峰无法分开，对 4 个目标峰分别进行计算，4 条标准曲线线性  $R^2$  均大于 0.995，线性符合要求。建议定量时建立 4 条标准曲线，分别进行计算后对总量进行加和。此结果未进行标准物质含水量折算与总量加和，结果仅作参考。

报告人:Chilli

审核人: Tim

日 期: 2024/09/24



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 10 页 共 10

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500

