

## 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	UItimate® Plus C18 (4.6×100mm,3.5 μm)
流动相	A:水: 乙腈=5: 95;
柱温	30°C

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 μL		
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 μm 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 °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 °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 μL 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 μg/mL 的对照品工作溶液；

#### 1.4.2 供试品溶液：

准确移取卵泡冲洗液 100 μL、100 μL 乙腈、100 μL 硼砂缓冲液、100 μL 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 μL 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。

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

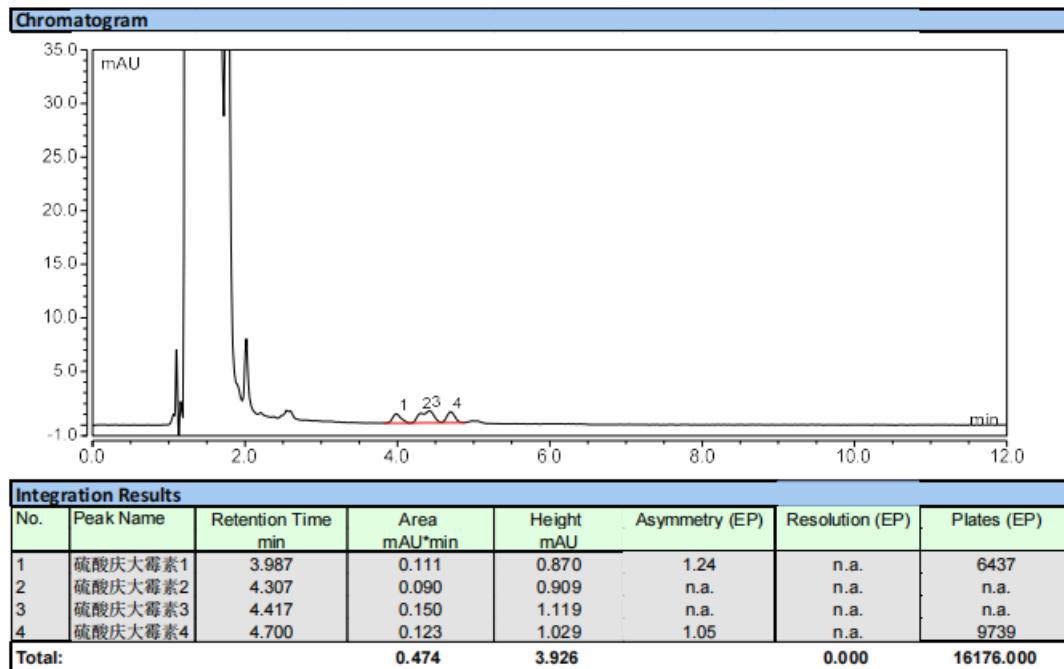
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

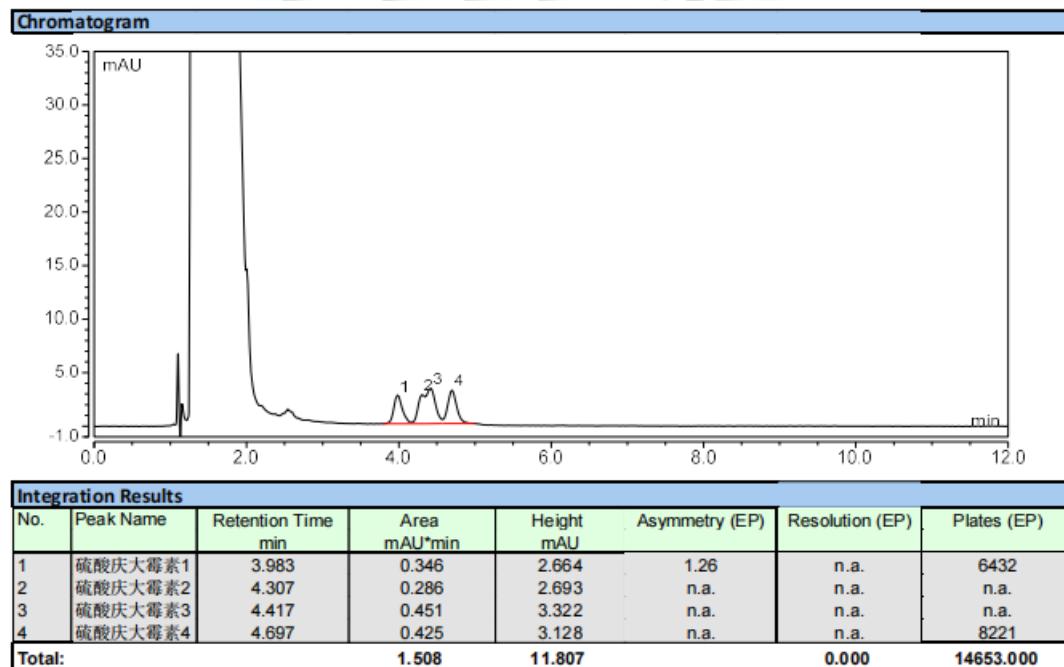
Tel:400-810-6969

## 1.5 谱图与结果:

(1) 1.0 μg/mL 的对照品工作溶液:



(2) 3.0 μg/mL 的对照品工作溶液:



(3) 10.0 μg/mL 的对照品工作溶液:

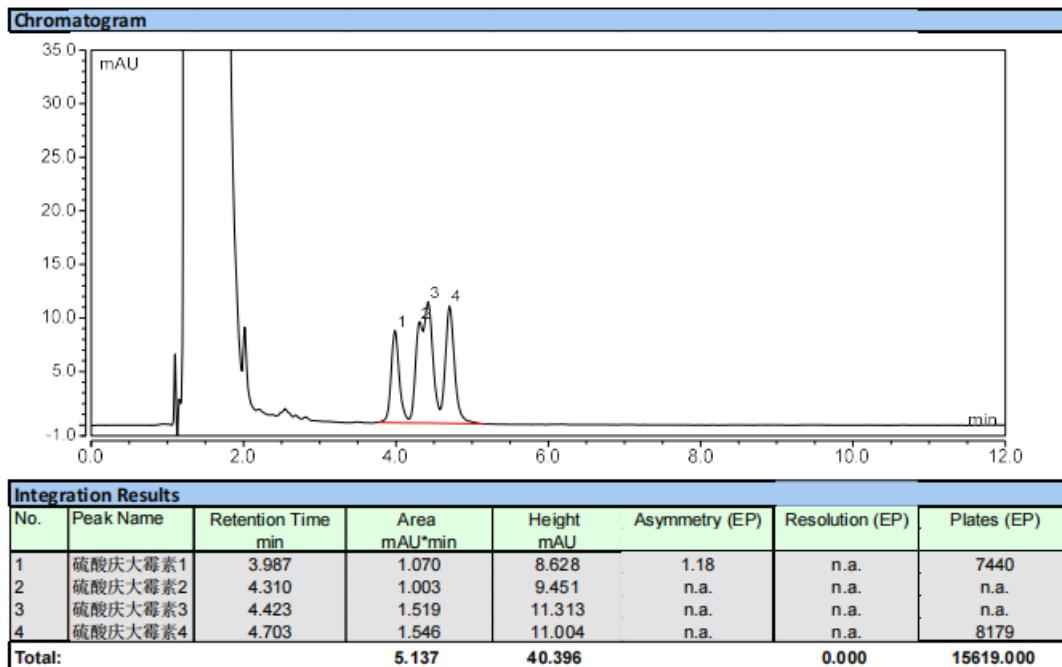
声明: 除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

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

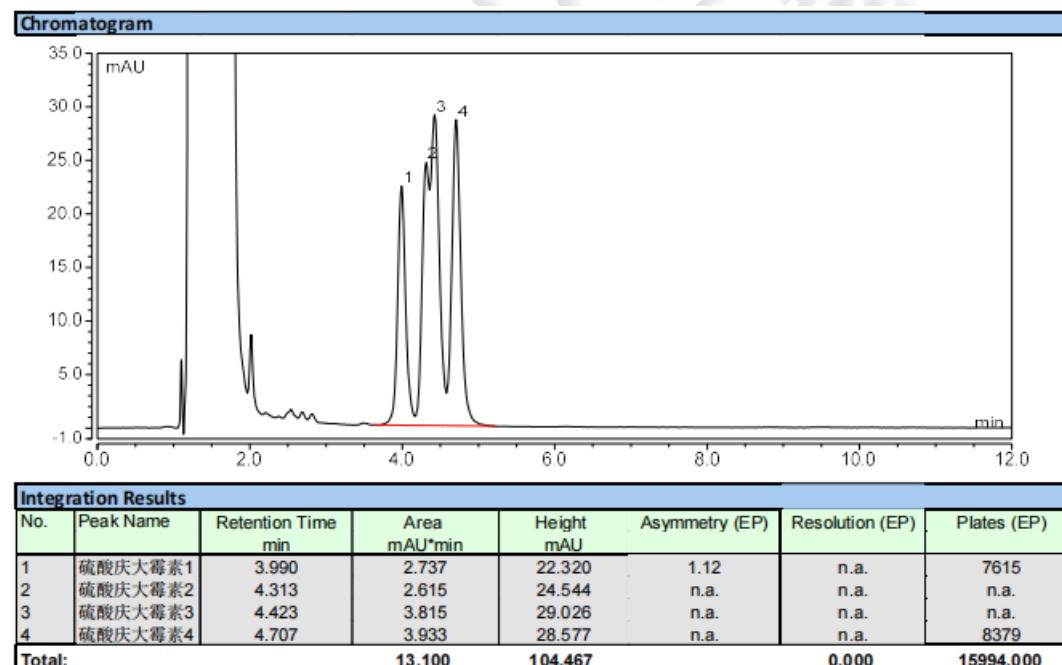
Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add: 江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel: 400-810-6969

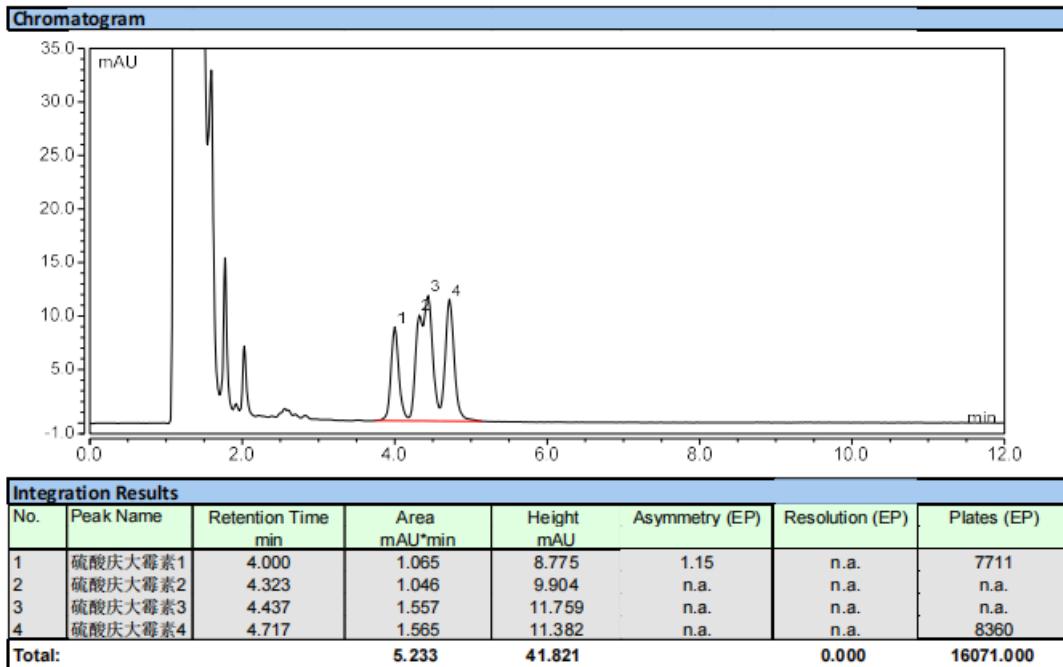


(4) 25.0 µg/mL 的对照品工作溶液:

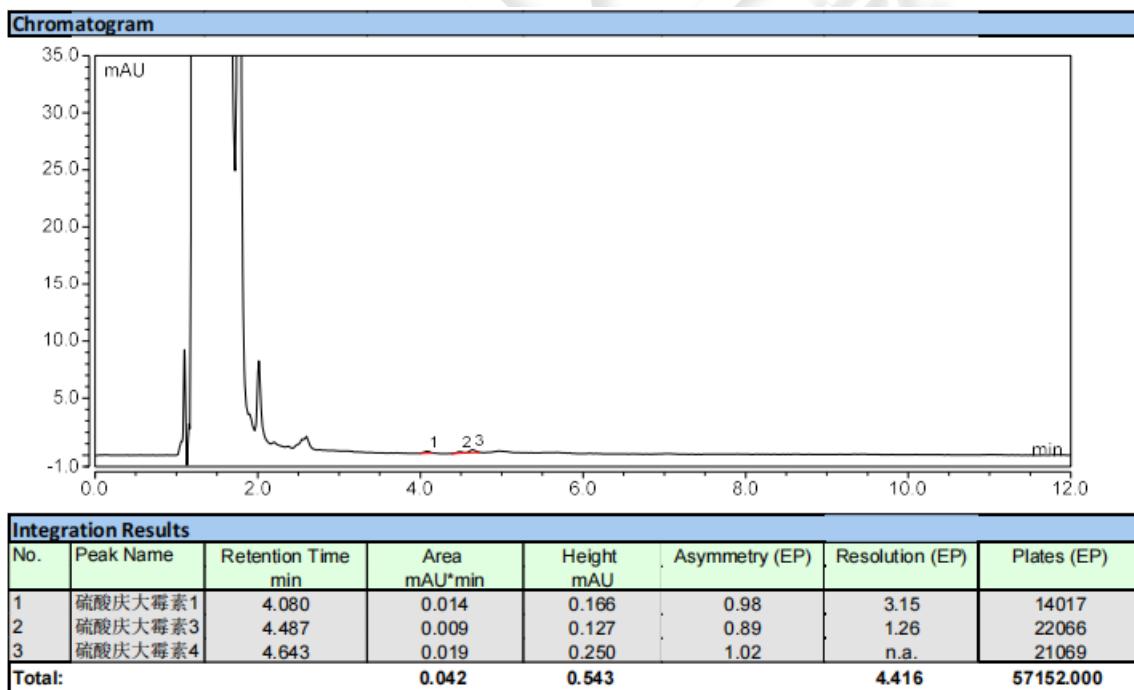


(5) 供试品溶液:





## (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。

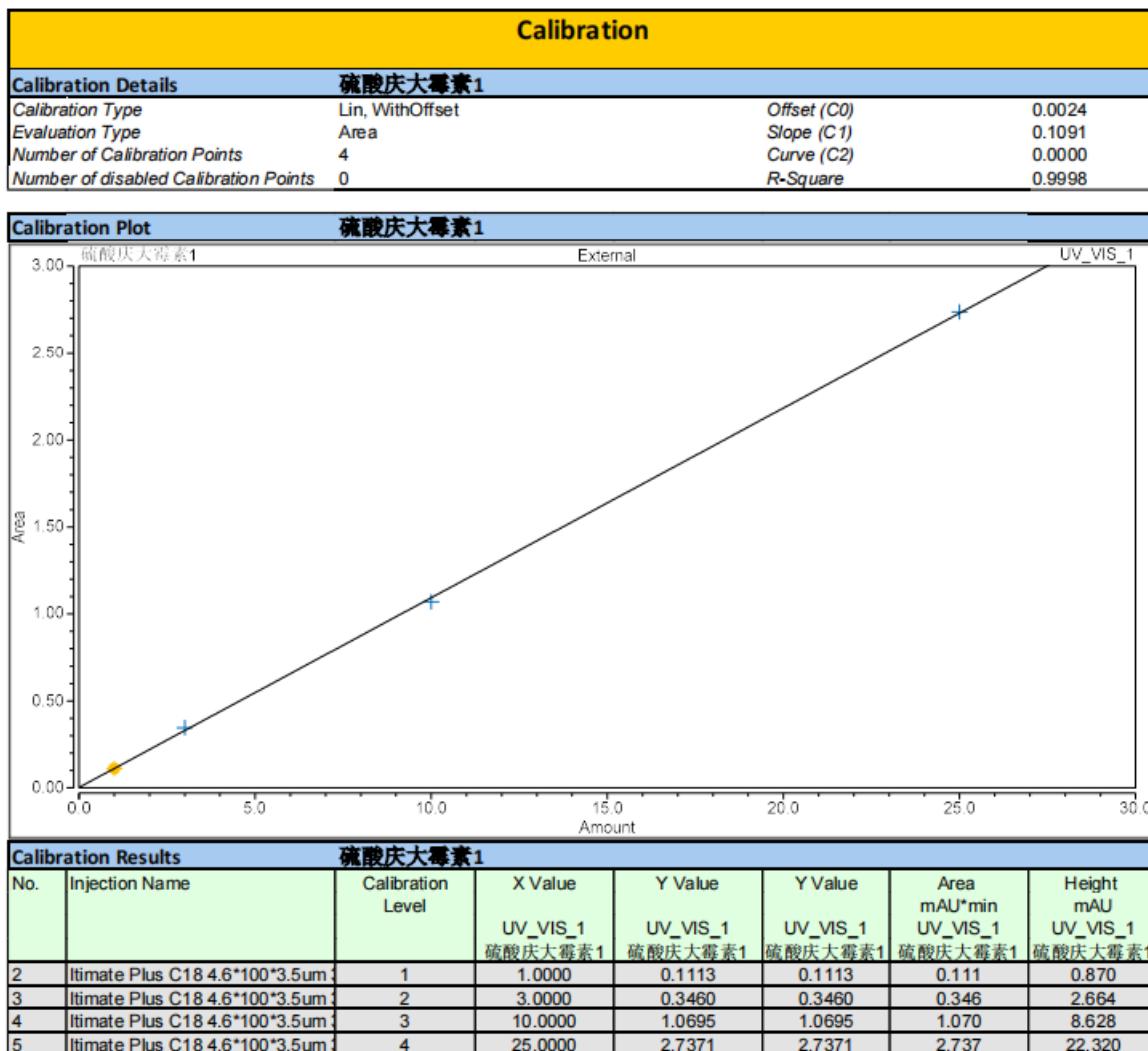
Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园紫荆园 10 号楼

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

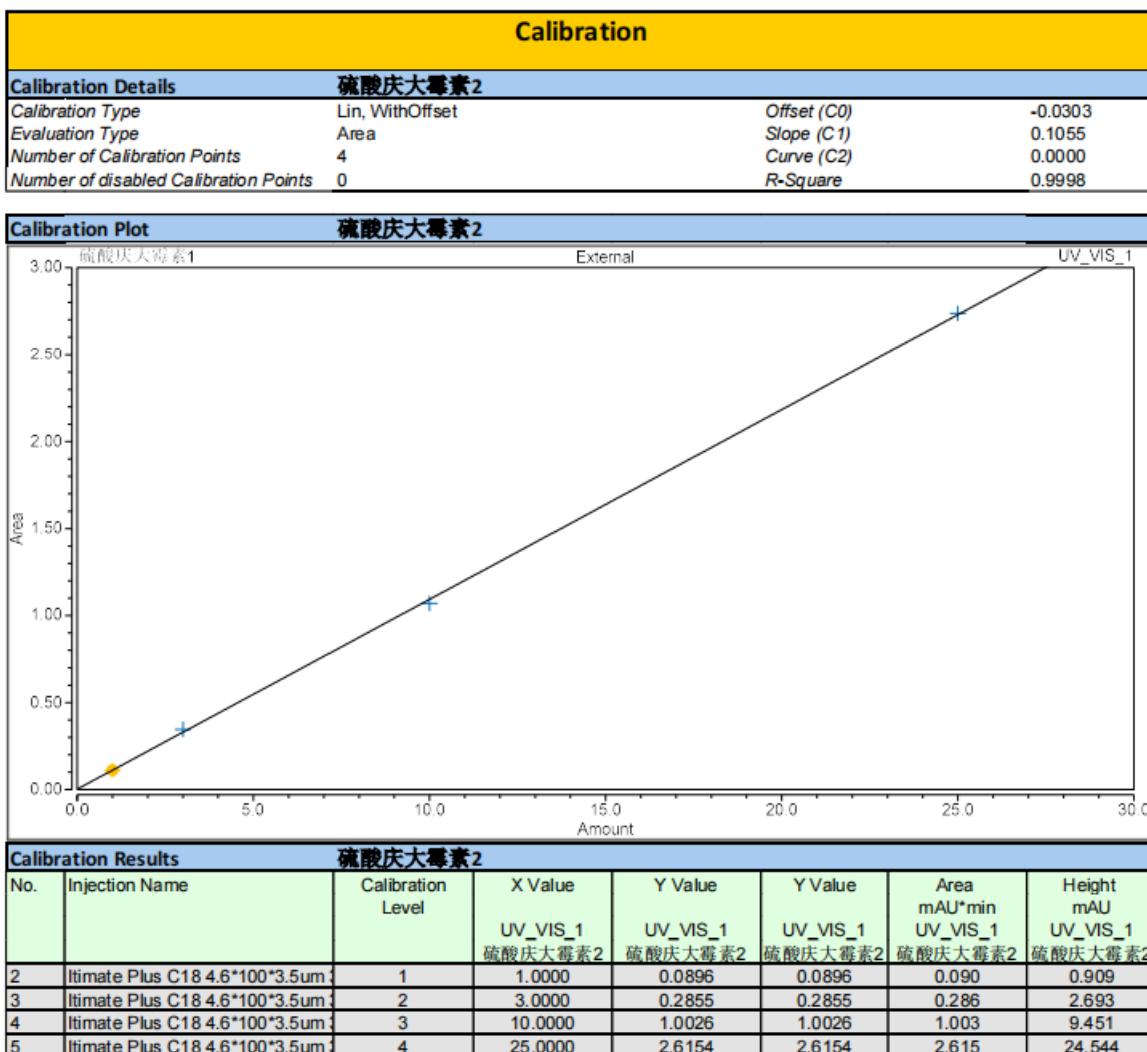
Tel: 400-810-6969





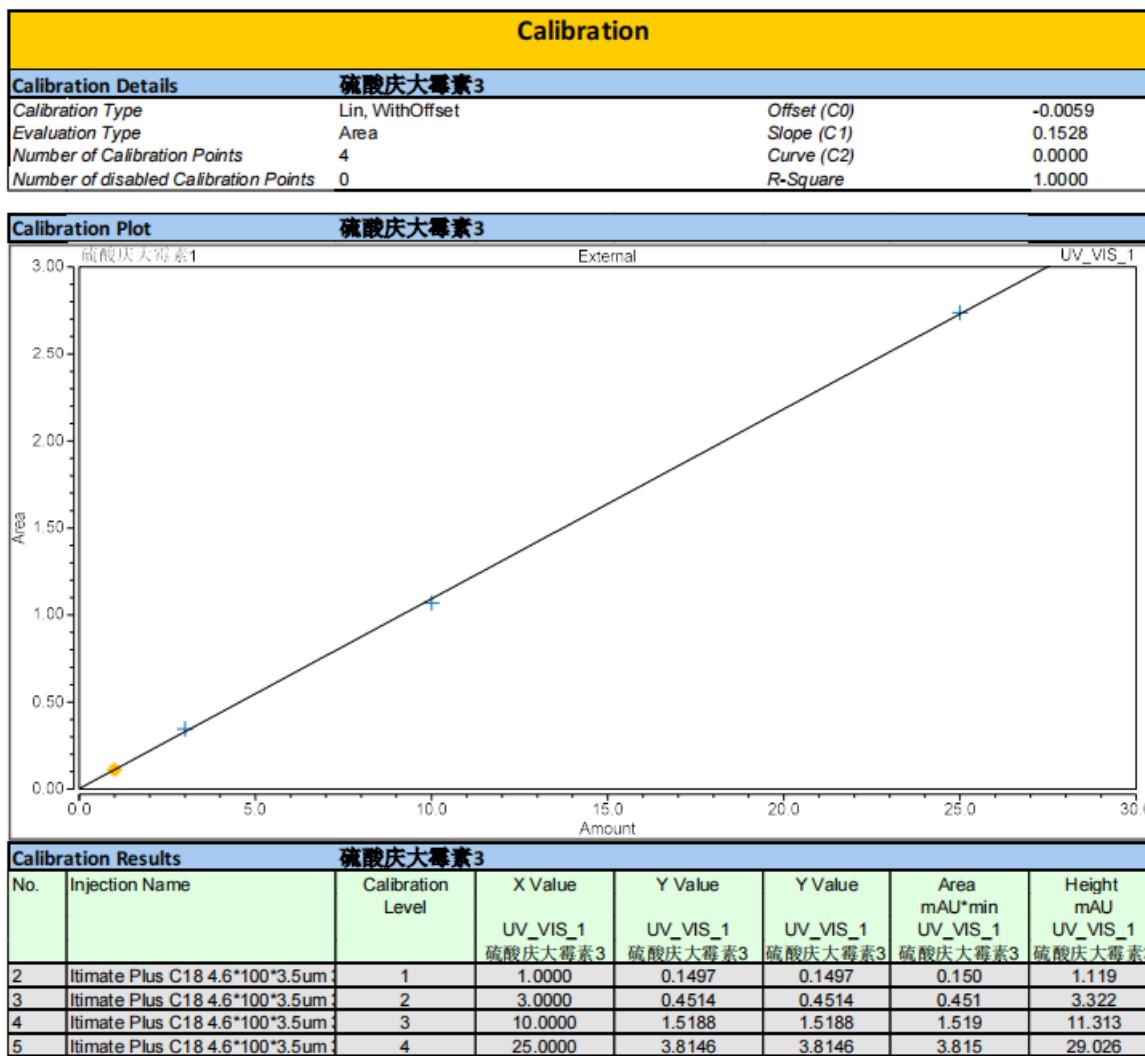
### 1.6.2 硫酸庆大霉素 2:





### 1.6.3 硫酸庆大霉素 3:

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



Calibration Results		硫酸庆大霉素3					
No.	Injection Name	Calibration Level	X Value	Y Value	Y Value	Area	Height
			UV_VIS_1	UV_VIS_1	UV_VIS_1	mAU*min	mAU
			硫酸庆大霉素3	硫酸庆大霉素3	硫酸庆大霉素3	硫酸庆大霉素3	硫酸庆大霉素3
2	Itimate Plus C18 4.6*100*3.5um	1	1.0000	0.1497	0.1497	0.150	1.119
3	Itimate Plus C18 4.6*100*3.5um	2	3.0000	0.4514	0.4514	0.451	3.322
4	Itimate Plus C18 4.6*100*3.5um	3	10.0000	1.5188	1.5188	1.519	11.313
5	Itimate Plus C18 4.6*100*3.5um	4	25.0000	3.8146	3.8146	3.815	29.026

#### 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。

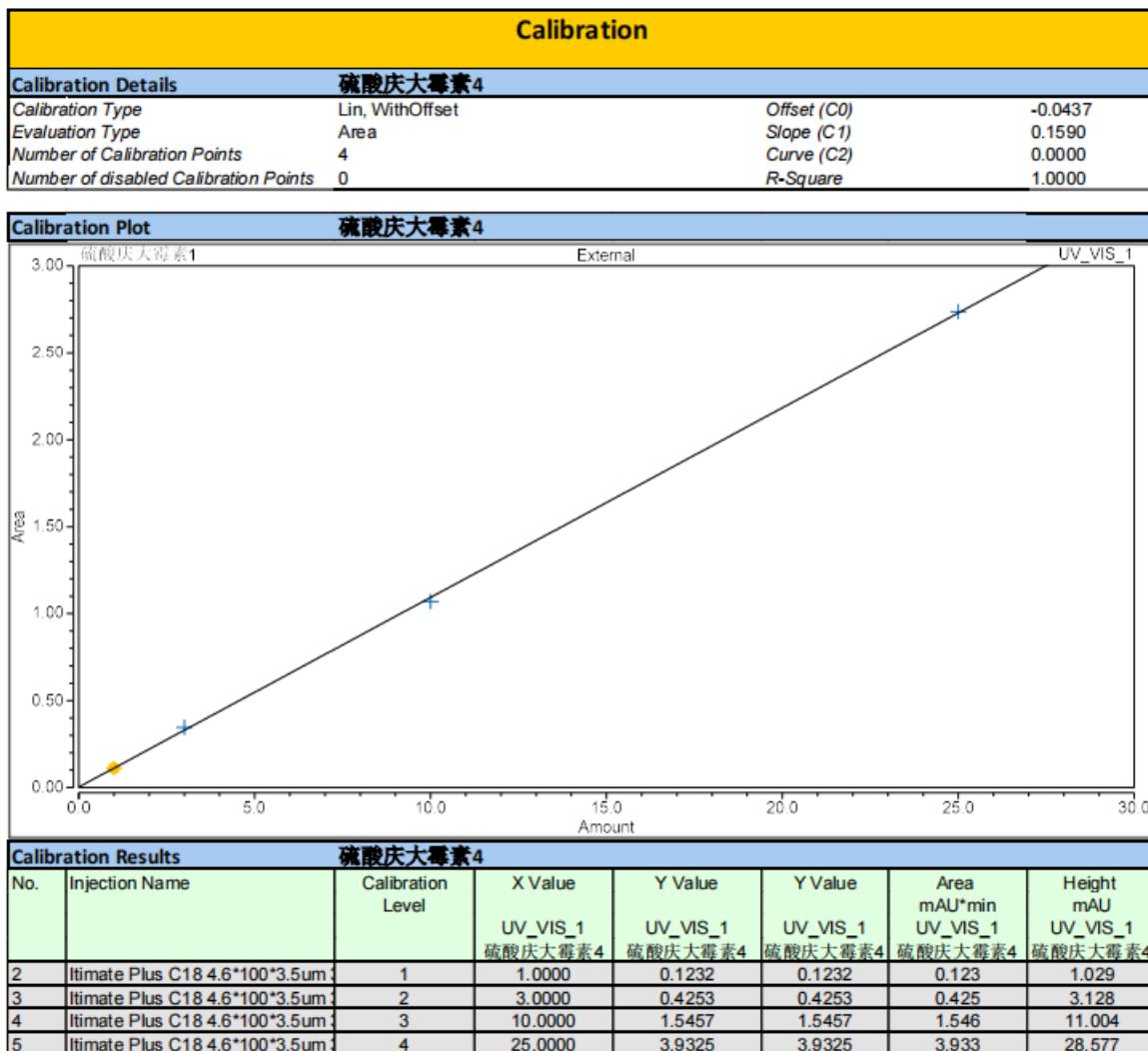
Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园紫荆园 10 号楼

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	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	Itimate Plus C18 4.6*100*3	4.080	0.014	0.166	0.104	32.28	BMB*
2	Itimate Plus C18 4.6*100*3	3.987	0.111	0.870	0.999	23.50	BMB*
3	Itimate Plus C18 4.6*100*3	3.983	0.346	2.664	3.150	22.94	BM*
4	Itimate Plus C18 4.6*100*3	3.987	1.070	8.628	9.783	20.82	BM*
5	Itimate Plus C18 4.6*100*3	3.990	2.737	22.320	25.069	20.89	BM*
6	Itimate Plus C18 4.6*100*3	4.000	1.065	8.775	9.740	20.35	BM*
7	Itimate 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<sup>2</sup>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

Welch  
月旭科技

