

测试报告

样品信息			
样品名称	MSX(蛋氨酸亚砷亚胺), 组氨酸, 精氨酸	编号	20230331-242
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2023/4/3	测试期间	2023/4/19-2023/5/5
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	MSX(蛋氨酸亚砷亚胺), 组氨酸, 精氨酸		
参考标准			
参考标准	无	标样	MSX(蛋氨酸亚砷亚胺), 组氨酸, 精氨酸
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱仪	仪器型号	Agilent 1100

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Blossmate® Polar RP(4.6×250mm,5μm);		
流动相	A: 0.1Mol/L 乙酸钠 (pH7.02) B: 乙腈水 (8:2)		
	Min	A%	B%
	0-5	97	3
	20	88	12
	25.1-30	30	70
	30.1-40	97	3
柱温:	40°C		



紫外检测器	254nm
流速:	1mL/min
进样量:	10 μ L
注意事项:	

流动相的配置:

缓冲盐: 称取 13.6 g 三水合乙酸钠于 1000 ml 水中, 混匀, 用冰乙酸或氢氧化钠调整 pH 为 7.02;

乙腈: 抽滤, 即得。

乙腈水 (8:2): 将已抽滤乙腈与超纯水按比例混合, 即得。

● 标准溶液的配制:

MSX 水溶液 1 mLx5 支, 1mg/mL。

buffer 两支, 主成分为组氨酸和精氨酸。

1, 组氨酸: 称 0.0038 g, 溶于 3.8 mL 超纯水中, 为 1mg/mL。

2, 盐酸精氨酸: 称 0.0034 g, 溶于 3.4 mL 超纯水中, 为 1mg/mL。

3, MSX-Buffer 溶液: 准确吸取 buffer 溶液 980 μ L 和 MSX 水溶液 20 μ L, 混匀即得。

4, MSX-水溶液: 准确吸取水溶液 980 μ L 和 MSX 水溶液 20 μ L, 混匀即得。

● 样品溶液的衍生:

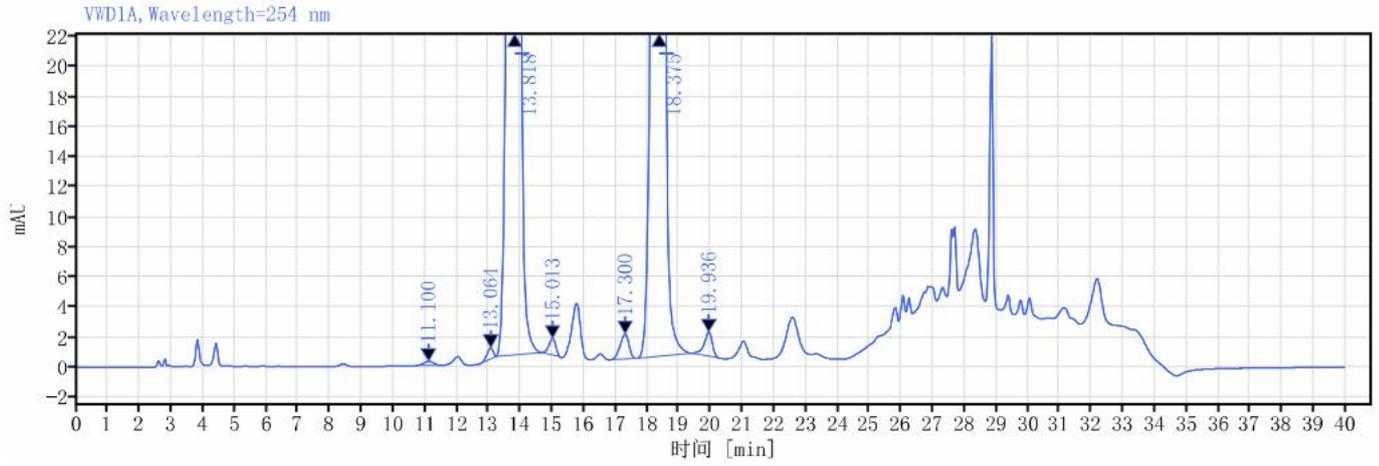
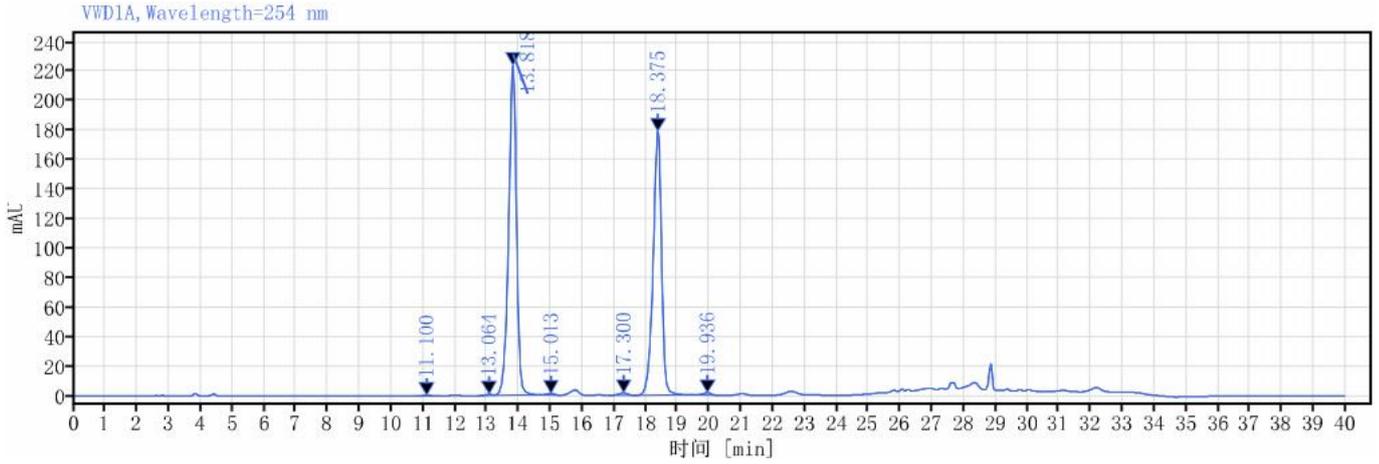
分别将月旭氨基酸衍生方法包中的 A、B 两种衍生试剂用稀释剂稀释至原来浓度的 1/5 倍;

精密量取上述溶液 160 μ L, 置于 1 mL 试管中, 加入稀释后的 A 溶液 100 μ L 和稀释后的 B 溶液 100 μ L, 摇匀, 室温反应 60 min; 然后加入正己烷溶液 400 μ L 旋紧盖子后振摇 5~10s, 室温静置分层, 取下层 200 μ L 溶液, 加入 800 μ L 水混合均匀, 再取 200 μ L 加入 800 μ L 水混合均匀, 用孔径为 0.22 μ m 有机膜过滤, 待分析;

● 谱图和数据

(1) 20ug/mLMSX-Buffer



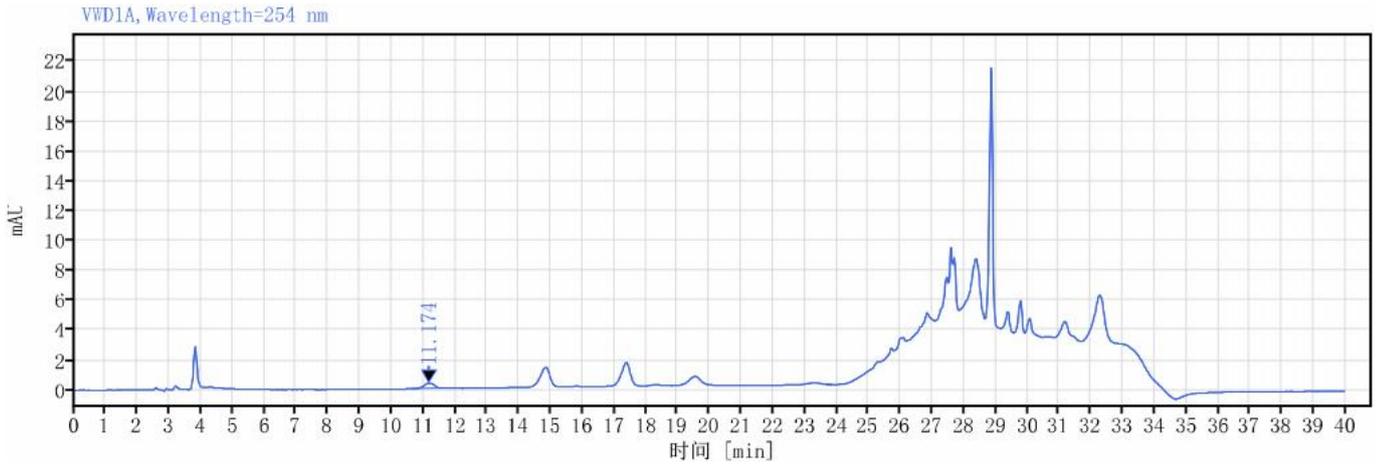


信号: VWD1A, Wavelength=254 nm

保留时间 [min]	峰宽 [min]	峰面积	高度	峰面积%	峰 分离度 USP	峰 拖尾因子	峰 理论塔板数 USP
11.100	0.27	5.96	0.28	0.08		1.04379	5847.99965
13.064	0.21	9.54	0.72	0.13	4.17261	0.97883	20892.14772
13.818	0.26	3832.00	223.41	53.24	1.86678	0.89355	15468.55048
15.013	0.24	16.90	1.11	0.23	2.78378	0.76530	21098.79629
17.300	0.29	32.56	1.67	0.45	4.85405	0.90248	17020.95714
18.375	1.72	3271.78	178.91	45.45	2.14191	0.87346	24346.52687
19.936	0.27	29.17	1.62	0.41	3.37686	0.69051	30784.36226
总和		7197.92					

(2) 20ug/mLMSX-水

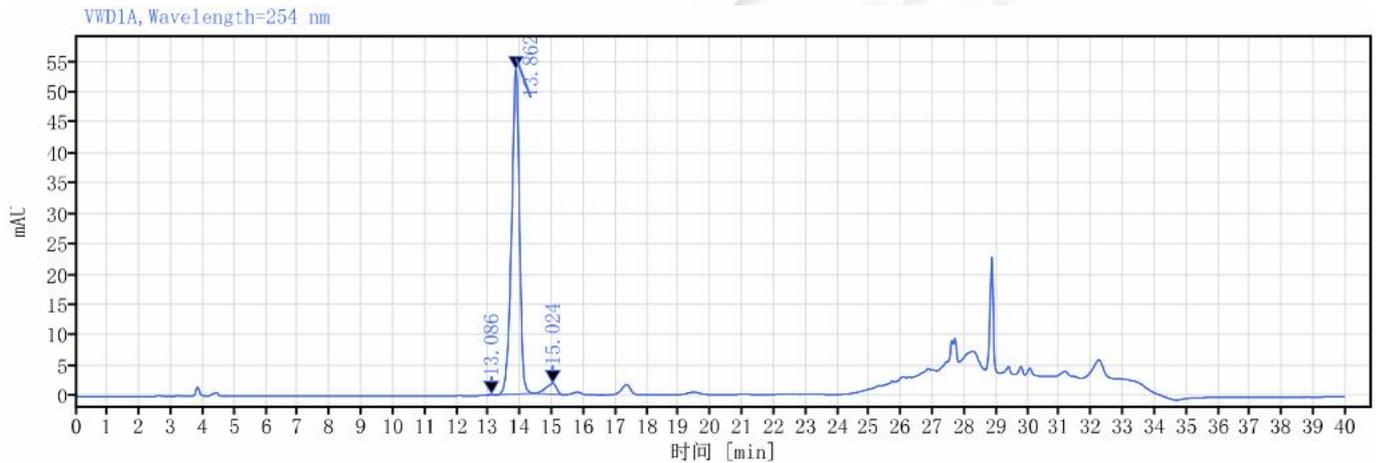




信号: VWD1A, Wavelength=254 nm

保留时间 [min]	峰宽 [min]	峰面积	高度	峰面积%	峰 分离度 USP	峰 拖尾因子	峰 理论塔板数 USP
11.174	0.30	8.00	0.36	100.00		1.02675	5763.05179
总和		8.00					

(3) 组氨酸

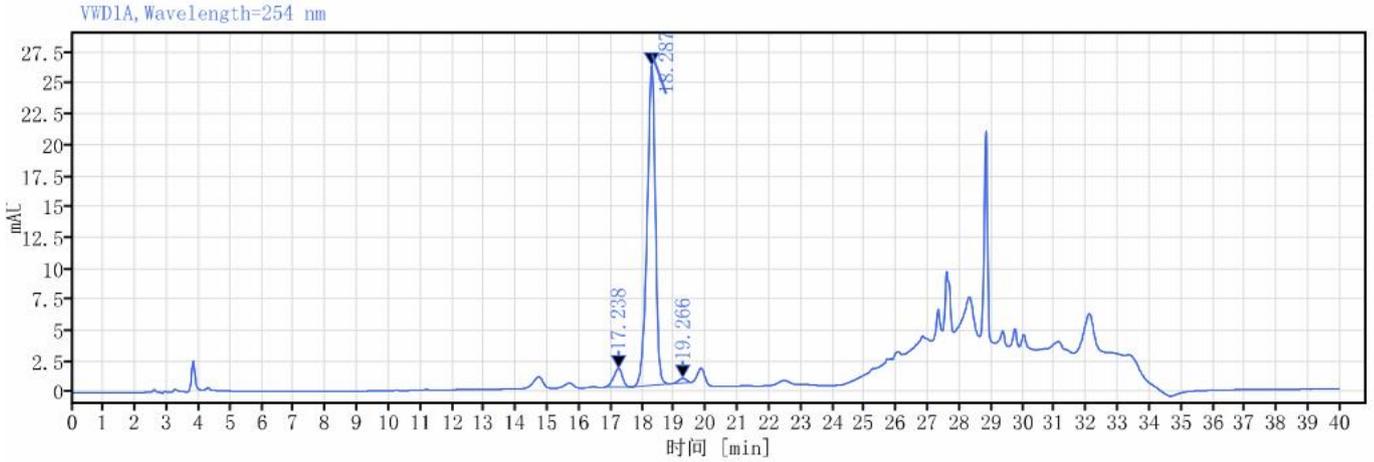


信号: VWD1A, Wavelength=254 nm

保留时间 [min]	峰宽 [min]	峰面积	高度	峰面积%	峰 分离度 USP	峰 拖尾因子	峰 理论塔板数 USP
13.086	0.19	1.81	0.14	0.19		1.08142	21847.03126
13.862	1.17	920.16	53.35	95.62	1.92191	0.88390	15261.77825
15.024	0.33	40.29	1.77	4.19	2.09755	0.69208	8247.38961
总和		962.26					

(4) 精氨酸





信号: VWD1A, Wavelength=254 nm

保留时间 [min]	峰宽 [min]	峰面积	高度	峰面积%	峰 分离度 USP	峰 拖尾因子	峰 理论塔板数 USP
17.238	0.28	28.43	1.50	5.67		0.89742	18088.09974
18.287	1.20	466.74	25.85	93.02	2.13421	0.87545	24255.78362
19.266	0.26	6.62	0.37	1.32	2.04765	1.03546	24954.98274
总和		501.78					

● 结论:

使用月旭 Blossmate® Polar RP(4.6×250mm,5μm)在此色谱条件下，检测结果符合要求。

日期: 2023/5/10

