

测试报告

样品信息			
样品名称	鱼弹性蛋白冻干粉	项目编号	20230330-240
样品批号	/	样品性状	液体
收样日期	2023/04/11	测试期间	2023/04/28-06/01
标样信息			
名称	规格	数量	
锁链素	1 mg/mL 约 100 μ L	1	
样品 S1	袋	1	
样品 S2	袋	1	
样品 S3	袋	1	
实验要求			
增加锁链素的保留			
参考方法			
文献：Isotope-dilution LC-MS/MS analysis of the elastin crosslinkers desmosine and isodesmosine in acute cerebral stroke patients (doi: 10.1039/d2ra06009d)			
试剂信息			
试剂名称	级别	品牌	
乙腈	HPLC 级	月旭科技股份有限公司	
甲酸	LC-MS 级	上海阿拉丁生化科技股份有限公司	
仪器信息			
仪器厂家	仪器型号		
Waters	Acquity UPLC – Xevo TQ-S micro		

1. 试验过程

1.1. 色谱条件

色谱柱:	Ultimate UHPLC PFP (2.1 \times 150 mm, 1.8 μ m)		
流动相:	流动相 A: 0.1%甲酸水	流动相 B: 0.1%甲酸乙腈	
流速:	0.2 mL/min		

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 8 页

邮编: 201600

邮编: 321000

邮编: 211500



进样量：	2 μ L		
柱温：	30 $^{\circ}$ C		
质谱调谐参数：	电离模式	ESI+	
	毛细管电压	1 kV	
	锥孔电压	20 V	
	脱溶剂气温度	450 $^{\circ}$ C	
	脱溶剂气流速	1000 L/Hr	
	锥孔气流速	70 L/Hr	
	离子源温度	150 $^{\circ}$ C	
锁链素 质谱参数	离子对	碰撞能（eV）	
	526.2 > 84.1	64	
	526.2 > 481.3	30	
洗脱程序	时间（min）	流动相 A（%）	流动相 B（%）
	0	10	90
	4	10	90
	4.5	90	10
	7.5	95	5
	15	95	5
	17	10	90
	20	10	90
注意事项	样品干燥保存		

1.2. 溶液配制

1.2.1. 流动相配制

流动相 A：取 500 mL 超纯水，加入 500 μ L 的甲酸，混合均匀，超声 15 min 脱气

流动相 B：取 500 mL 乙腈，加入 500 μ L 的甲酸，混合均匀，超声 15 min 脱气

1.2.2. 空白溶液配制

取 1 mL 的高纯水

1.2.3. 对照品溶液配制

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



取 10 μL 客户提供的 1 mg/mL 的锁链素标品，加入 990 μL 的超纯水稀释，即得 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的锁链素；取 100 μL 的 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的锁链素，加入 900 μL 的超纯水稀释，即得 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的锁链素。

1.2.4. 供试品溶液配制

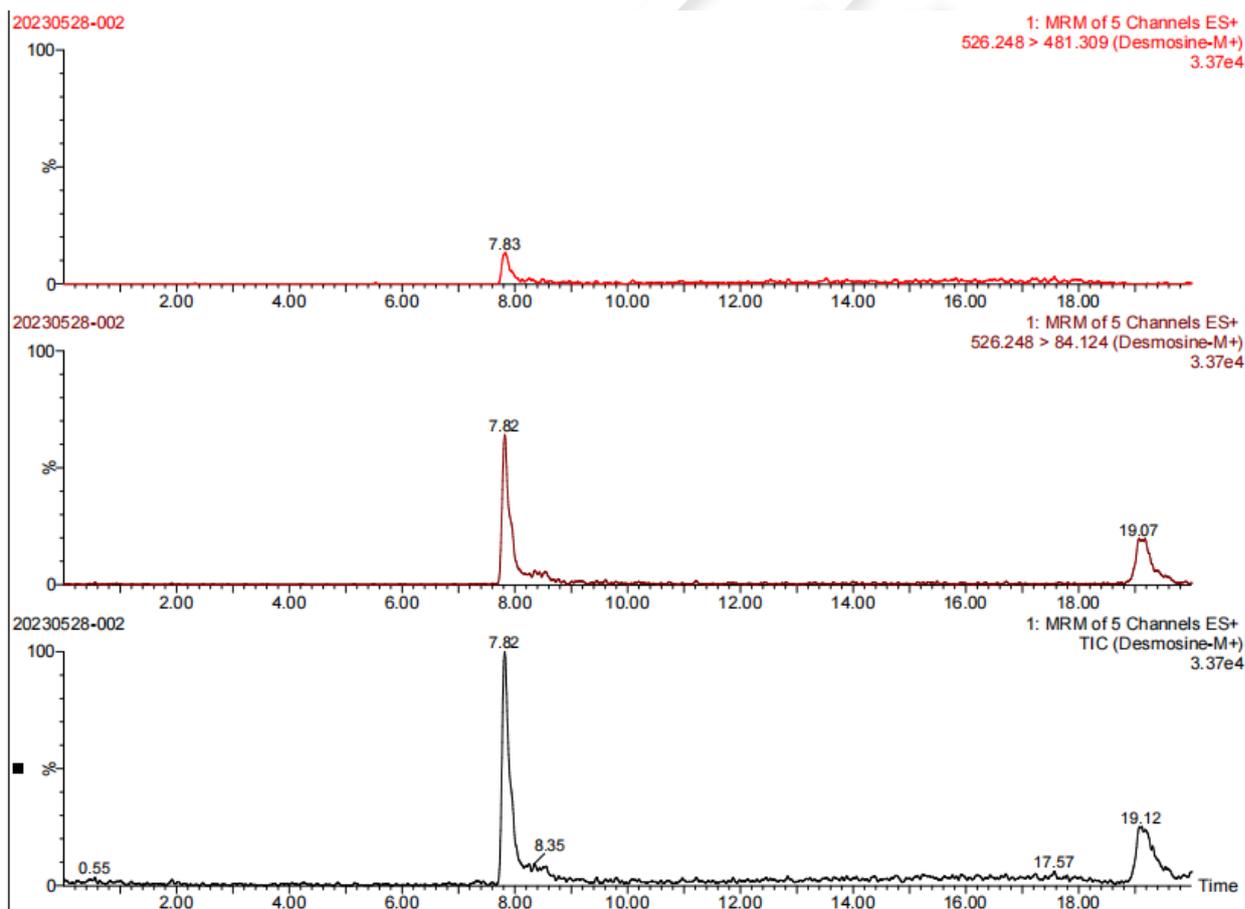
S1: 称取 4.5 mg，加入 2.25 mg 水溶解，得 2 mg/mL 的 S1；取 100 μL 的 2 mg/mL 的 S1，加入 900 μL 的水稀释，即得 200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的 S1；

S2: 称取 5.3 mg，加入 2.65 mg 水溶解，得 2 mg/mL 的 S2；取 100 μL 的 2 mg/mL 的 S2，加入 900 μL 的水稀释，即得 200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的 S2；

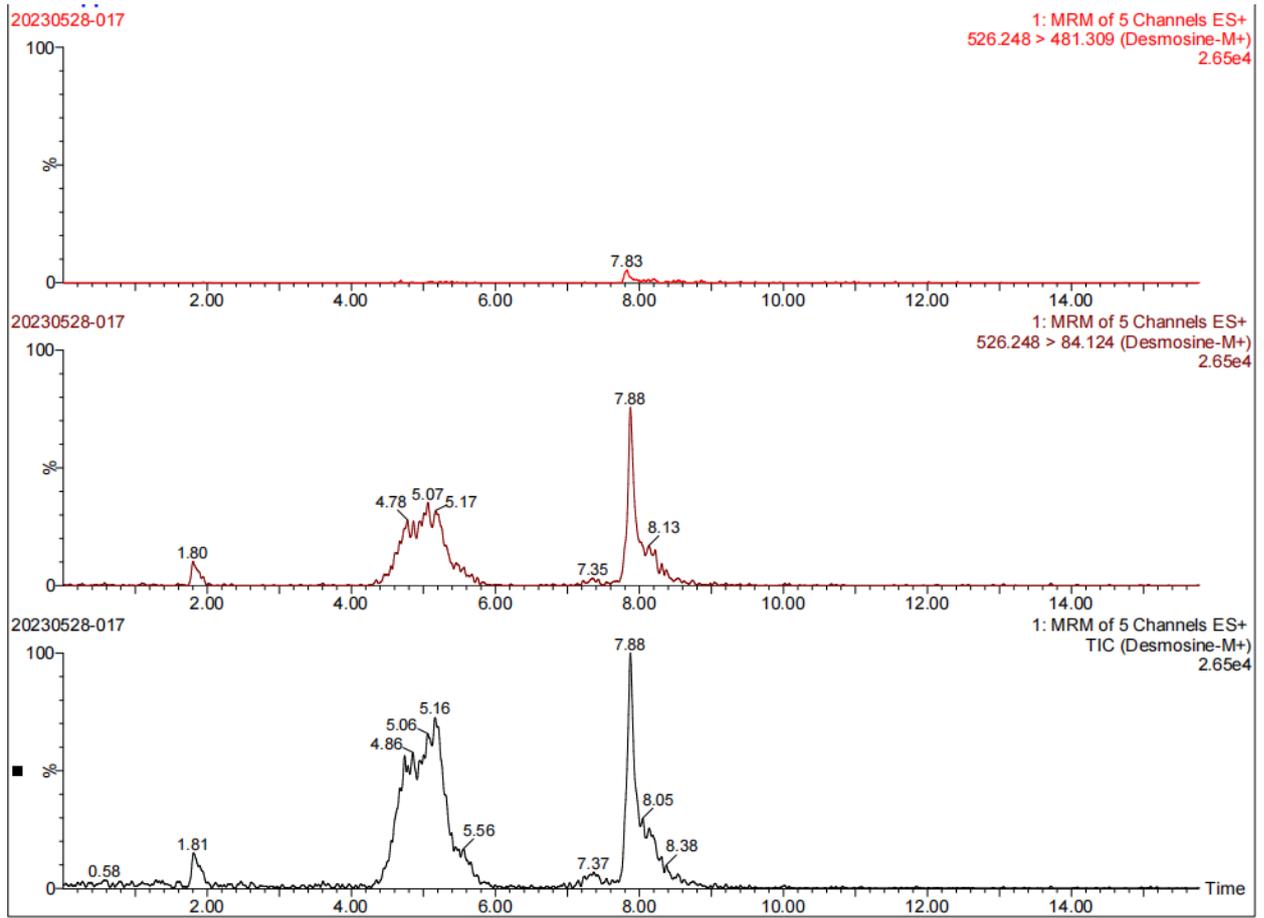
S3: 称取 4.7 mg，加入 2.35 mg 水溶解，得 2 mg/mL 的 S3；取 100 μL 的 2 mg/mL 的 S3，加入 900 μL 的水稀释，即得 200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的 S3；

2. 谱图和数据

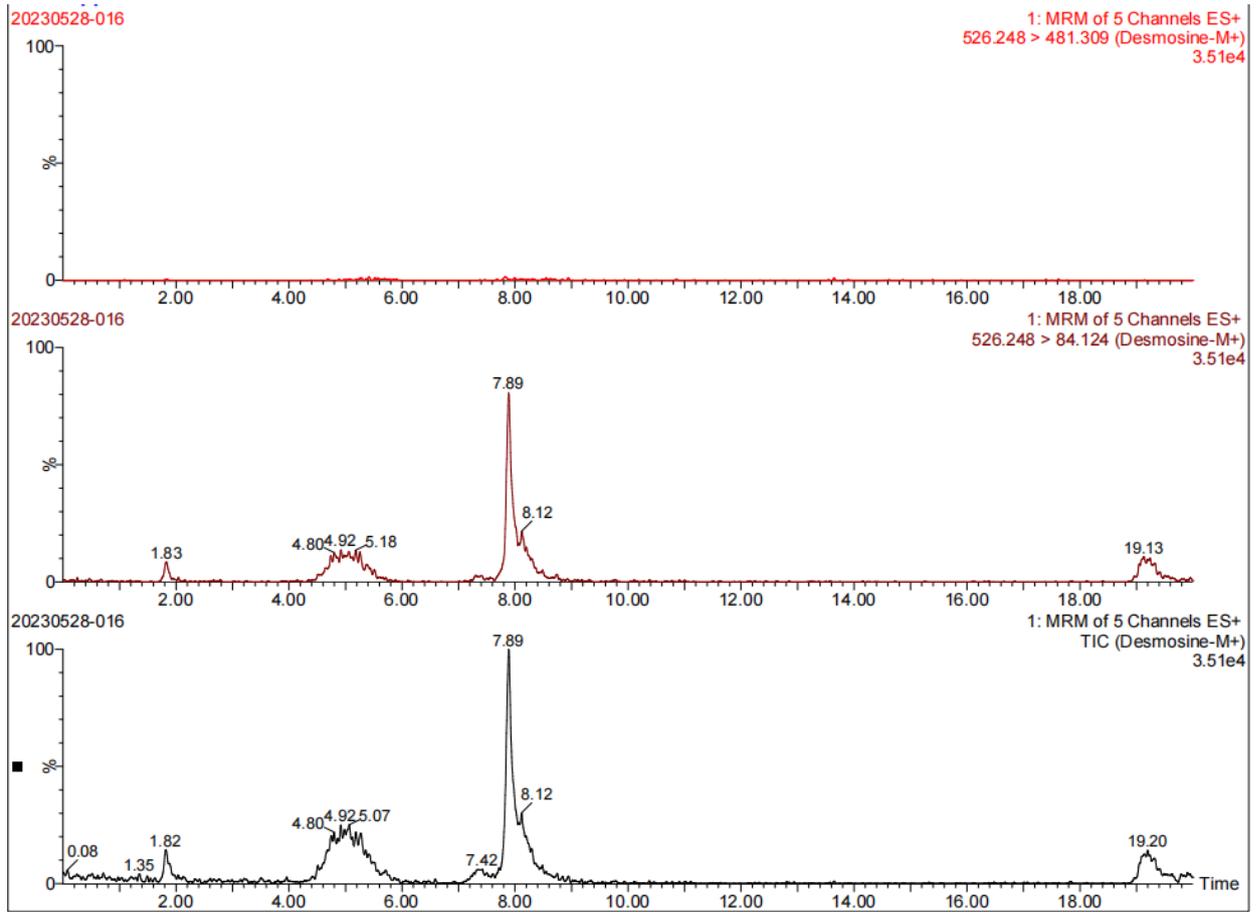
(1) 锁链素溶液检测图谱



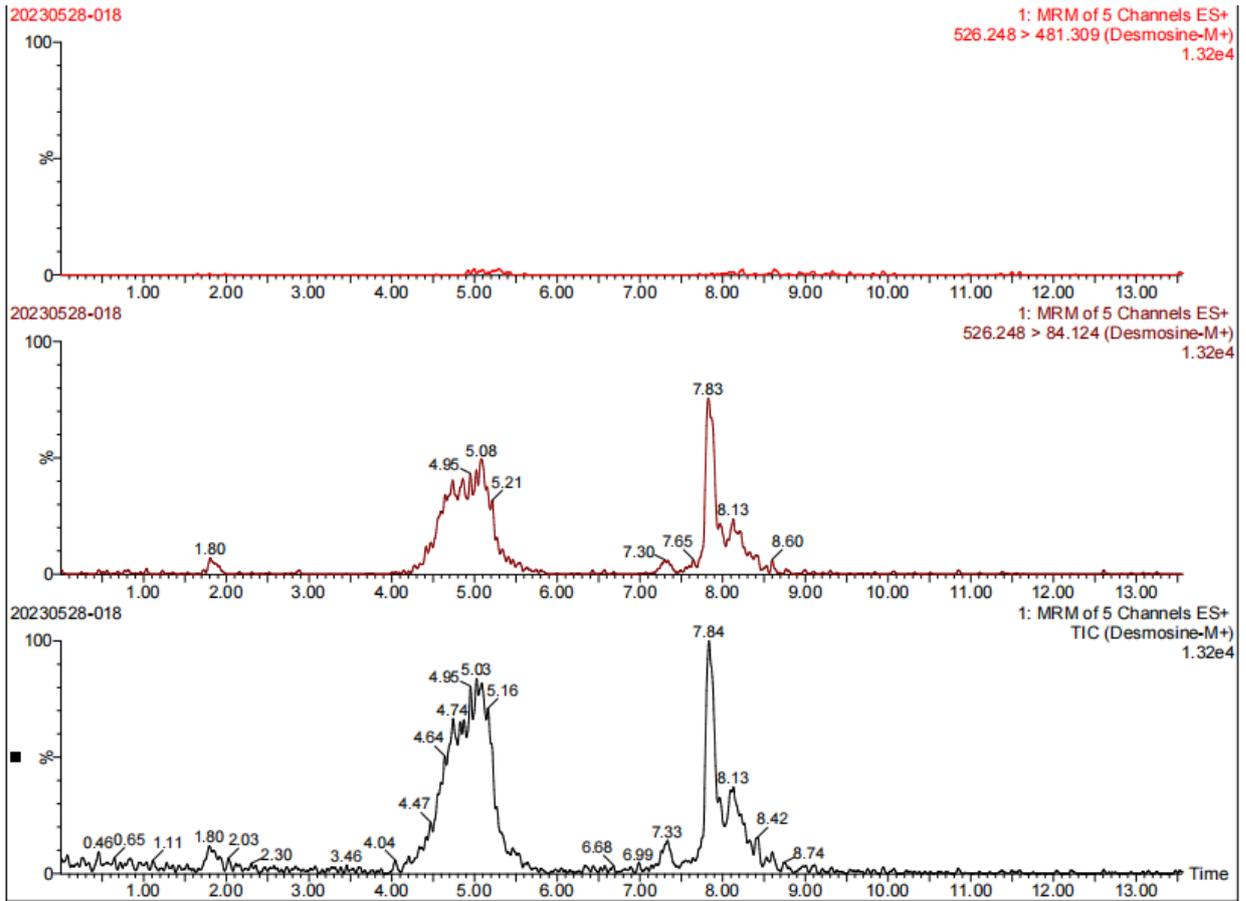
(2) 样品 S1 溶液检测图谱



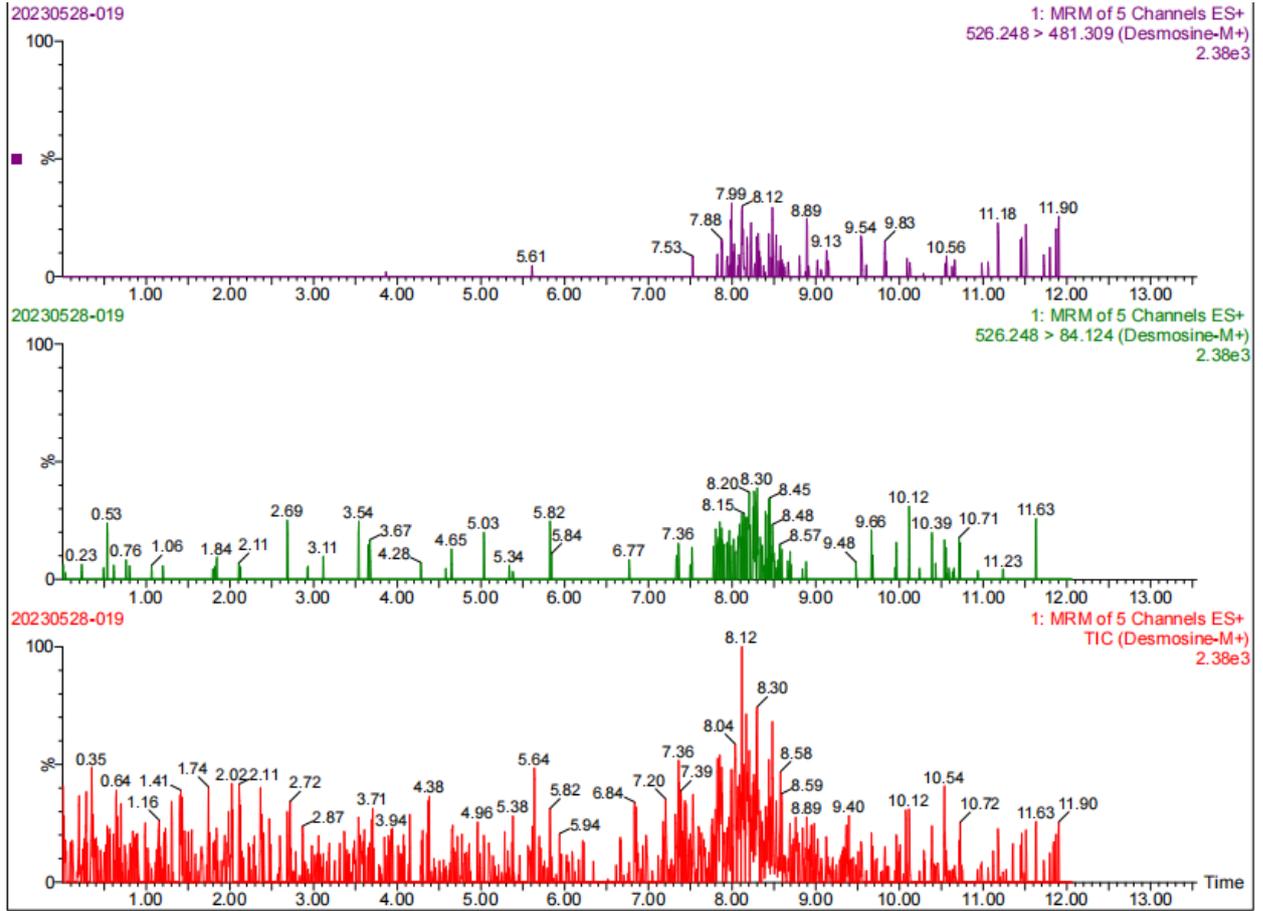
(3) 样品 S2 溶液检测图谱



(4) 样品 S3 溶液检测图谱



(5) 空白溶液检测图谱



(6) 采用外标法计算 S1、S2、S3 样品中锁链素的含量，结果如下：

样品编号	S1	S2	S3
上机浓度 (ppm)	0.708	1.065	0.381
样品中锁链素含量 (µg/mg 样品)	3,54	5.325	1.905



3. 结论

使用月旭 Ultimate® UHPLC PFP (2.1×150 mm, 1.8 μm) 在此色谱条件下，锁链素保留增强，满足客户检测要求，在锁链素的后面有一个小峰，根据参考文献推测小峰可能为异锁链素，需要标准品验证。

报告人: Lucy

审核人: Tim

日期: 2023/06/01

