

测试报告

样品信息			
样品名称	氨基酸样品 1-3	项目编号	20230731-668-01
样品批号	/	样品性状	固体粉末
收样日期	2023/08/02	测试期间	2023/08/10~08/22
标样信息			
名称	规格	数量	
氨基酸混合对照品	瓶	1	
样品 1	袋	1	
样品 2	袋	1	
样品 3	袋	1	
实验要求			
非衍生方法，测定三种样品中氨基酸含量			
参考方法			
无			
试剂信息			
试剂名称	级别	品牌	
乙腈	色谱级	月旭	
七氟丁酸	色谱级	阿拉丁	
醋酸铵	分析级	阿拉丁	
仪器信息			
仪器厂家	仪器型号		
安捷伦	1260		
岛津	LC-20AD		

1. 试验过程

1.1. 色谱条件（一）

色谱柱:	月旭 Ultimate® Amino Acid Plus (4.6×300mm, 5μm)
流动相:	流动相 A: 0.3%七氟丁酸 流动相 B: 乙腈

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11页

邮编: 201600

邮编: 321000

邮编: 211500



流速：	1.0mL/min		
进样量：	20 μ L		
柱温：	30 $^{\circ}$ C		
检测器：	ELSD		
检测条件：	T _{漂移管} =80 $^{\circ}$ C V _{载气} =1.6mL/min		
洗脱程序	时间	A	B
	0	100	0
	10	100	0
	15	93	7
	40	50	50
	41	100	0
	55	100	0
注意事项	\		

1.2. 溶液配制

1.2.1. 流动相配制

流动相 A：取 3mL 七氟丁酸，加水稀释至 1000mL，混匀，超声脱气，即得。

流动相 B：取色谱级乙腈，超声脱气，即得。

1.2.2. 混合对照品溶液：取客户提供对照品，用水稀释 4 倍，即得。

1.2.3. 供试品溶液：取样品 1g，加 6mol/L 盐酸 5mL 摇匀，充氮至排尽空气，静置 24 小时，取上清液 1mL 挥干，用水 2mL 复溶，过滤，用水稀释 5 倍，再过滤，即得（样品 1、2、3 同操作）。



1.3. 色谱条件（二）

色谱柱：	月旭 Ultimate® Amino Acid (4.6×250mm, 5μm)		
流动相：	流动相 A: 0.1mol/L 醋酸钠 (pH6.5) /乙腈=93/7 流动相 B: 乙腈/水=80/20		
流速：	1.0mL/min		
进样量：	10μL		
柱温：	40°C		
检测器：	UV		
检测波长：	254nm		
洗脱程序	时间	A	B
	0	100	0
	11	93	7
	13.9	88	12
	14	85	15
	29	66	34
	32	30	70
	35	0	100
	42	0	100
	45	100	0
	60	100	0
注意事项	\		

1.4. 溶液配制

1.4.1. 流动相配制

流动相 A: 取 13.6g 醋酸钠, 加入 1000mL 水, 混匀, 抽滤, 用冰醋酸调节 pH 至 6.5; 取上述溶液 930mL 与 70mL 乙腈混合, 超声脱气, 即得。

流动相 B: 取色谱级乙腈, 超声脱气, 即得。

1.4.2. 空白衍生溶液: 取超纯水 160μL, 置于试管中, 加入稀释后的 A 衍生试剂 100μL 和 B 衍生试剂 100μL, 摇匀, 室温反应 60min, 然后加入正己烷 400μL 旋紧瓶盖后振摇 5~10 秒, 室温静置分层, 取下层 200μL 溶液, 加入 800μL 水混合均匀, 再取 200μL 加入 800μL 水混合



均匀，用孔径为 0.22 μ m 有机膜滤过，即得。

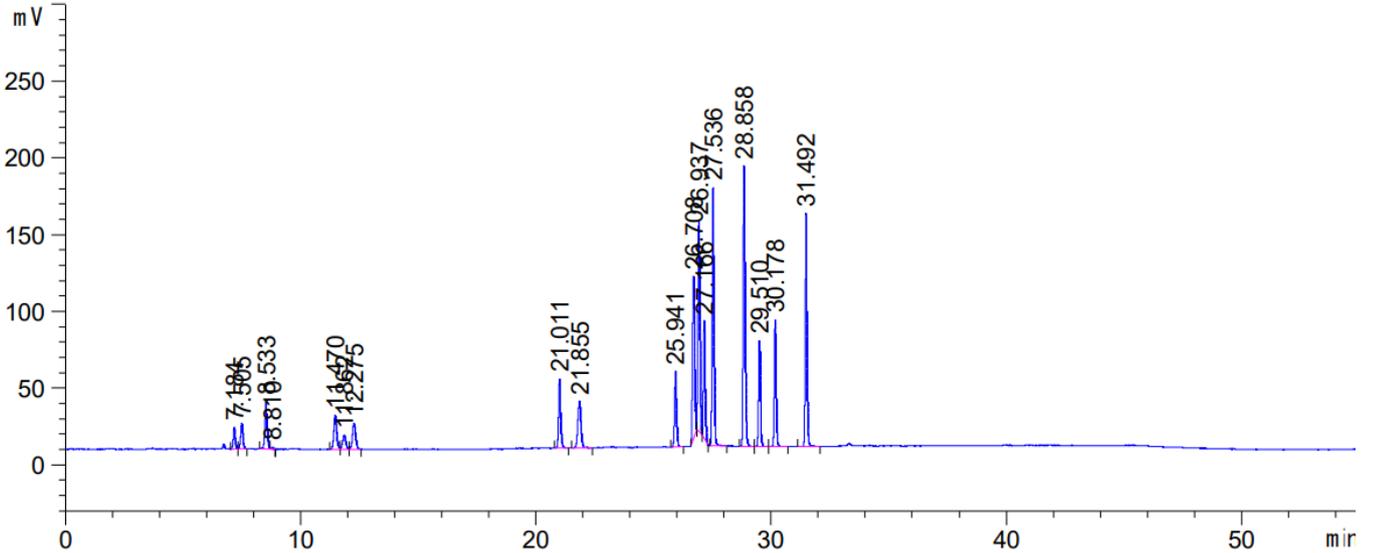
- 1.4.3. 混合对照品衍生溶液：取客户提供对照品 160 μ L，置于试管中，加入稀释后的 A 衍生试剂 100 μ L 和 B 衍生试剂 100 μ L，摇匀，室温反应 60min，然后加入正己烷 400 μ L 旋紧瓶盖后振摇 5~10 秒，室温静置分层，取下层 200 μ L 溶液，加入 800 μ L 水混合均匀，再取 200 μ L 加入 800 μ L 水混合均匀，用孔径为 0.22 μ m 有机膜滤过，即得。
- 1.4.4. 供试品衍生溶液：取样品 1g，加 6mol/L 盐酸 5mL 摇匀，充氮至排尽空气，静置 24 小时，去上清液 1mL 挥干，用水 2mL 复溶，过滤，用水稀释 5 倍，再过滤，取续滤液 160 μ L，置于试管中，加入稀释后的 A 衍生试剂 100 μ L 和 B 衍生试剂各 100 μ L，摇匀，室温反应 60min，然后加入正己烷 400 μ L 旋紧瓶盖后振摇 5~10 秒，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 有机膜滤过，即得（样品 1、2、3 同操作）。



2. 谱图和数据

(1) 色谱条件一色谱图

1.1 混合对照品溶液检测图谱



保留时间 [min]	k'	峰面积 [mV*s]	峰高 [mV]	对称 因子	峰宽 [min]	塔板数	分离度	选择性
7.184	-	84.08322	14.20156	0.85	0.0890	36121	-	-
7.505	-	112.72426	16.79840	0.95	0.1002	31071	1.99	1.04
8.533	-	204.52495	30.68169	0.82	0.0960	43731	6.16	1.14
8.810	-	5.69863	1.08667	0.93	0.0788	69336	1.86	1.03
11.470	-	188.14580	22.01923	0.76	0.1292	43679	15.03	1.30
11.862	-	88.74831	9.26696	1.05	0.1448	37178	1.68	1.03
12.275	-	162.29738	16.91562	0.90	0.1450	39702	1.68	1.03
21.011	-	282.97067	44.99814	0.78	0.0942	275788	42.92	1.71
21.855	-	282.76859	30.34054	0.95	0.1433	128800	4.18	1.04
25.941	-	294.64465	49.44954	0.88	0.0906	453908	20.52	1.19
26.708	-	659.91595	105.05756	0.86	0.1019	380787	4.68	1.03
26.937	-	808.54187	136.90648	0.85	0.0942	453290	1.37	1.01
27.166	-	413.82840	76.59113	0.86	0.0852	563125	1.50	1.01
27.536	-	935.89148	168.61101	0.84	0.0844	590027	2.56	1.01
28.858	-	1089.61694	183.09718	0.78	0.0915	551568	8.83	1.05
29.510	-	395.10162	69.16891	0.85	0.0879	624183	4.28	1.02
30.178	-	448.40872	82.73160	0.86	0.0817	756503	4.63	1.02
31.492	-	804.49750	151.93044	0.85	0.0804	849578	9.52	1.04

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11页

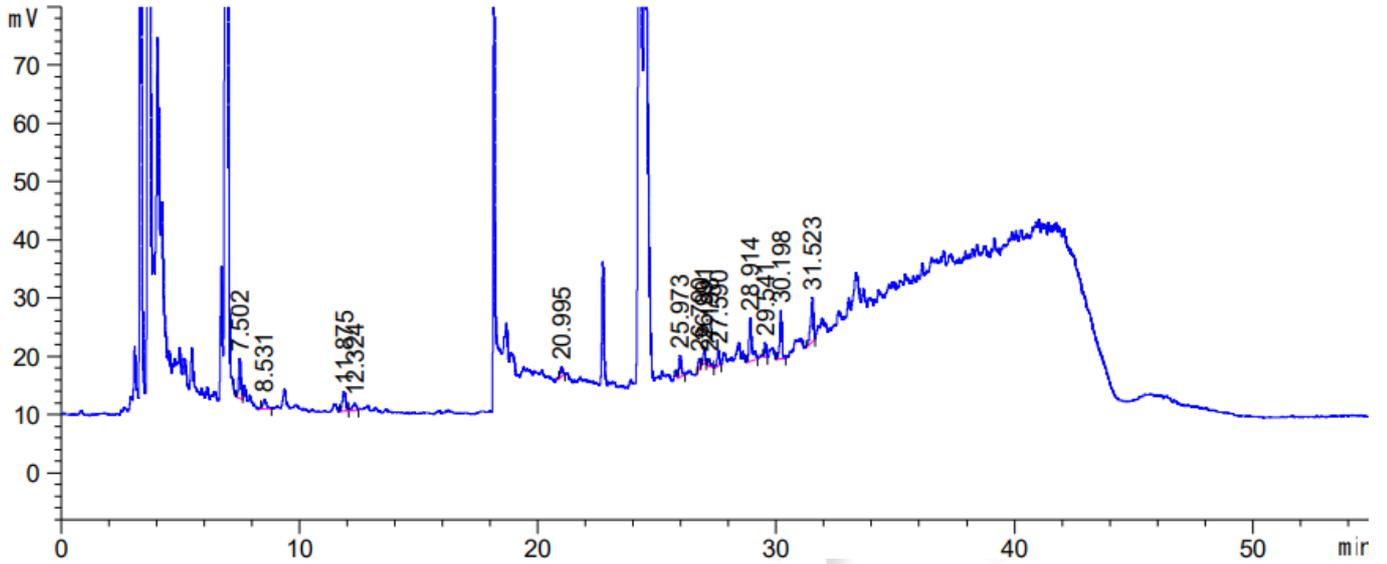
邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500



1.2 样品 1 溶液检测图谱



保留时间 [min]	k'	峰面积 [mV*s]	峰高 [mV]	对称 因子	峰宽 [min]	塔板数	分离度	选择性
7.502	-	43.60426	6.86668	0.97	0.0931	35961	-	-
8.531	-	16.85905	1.62776	0.73	0.1556	16651	4.86	1.14
11.875	-	32.03907	3.40578	0.90	0.1525	33591	12.75	1.39
12.324	-	12.26890	1.16066	1.40	0.1579	33745	1.70	1.04
20.995	-	13.04168	1.73398	1.09	0.1177	176263	36.96	1.70
25.973	-	25.77860	3.70766	0.92	0.1058	333678	26.16	1.24
26.790	-	8.37890	1.38717	2.98	0.0879	514414	4.95	1.03
26.991	-	14.14113	2.73639	1.15	0.0785	654207	1.42	1.01
27.198	-	8.34751	1.31720	0.71	0.0896	510654	1.45	1.01
27.590	-	16.55572	2.67571	1.47	0.0958	459191	2.48	1.01
28.914	-	61.16027	7.55208	0.78	0.0998	465042	7.96	1.05
29.541	-	12.38517	2.56500	0.89	0.0800	755408	4.10	1.02
30.198	-	53.92533	8.29417	1.06	0.0960	547747	4.39	1.02
31.523	-	62.33235	7.63194	1.72	0.1121	438226	7.48	1.04

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

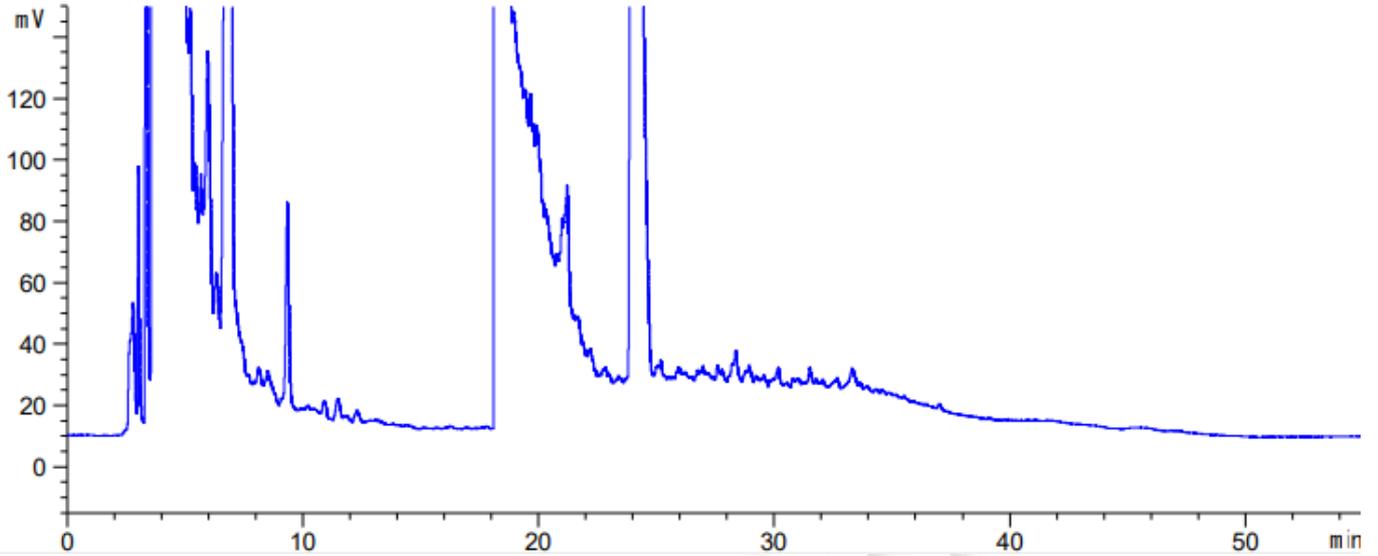
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

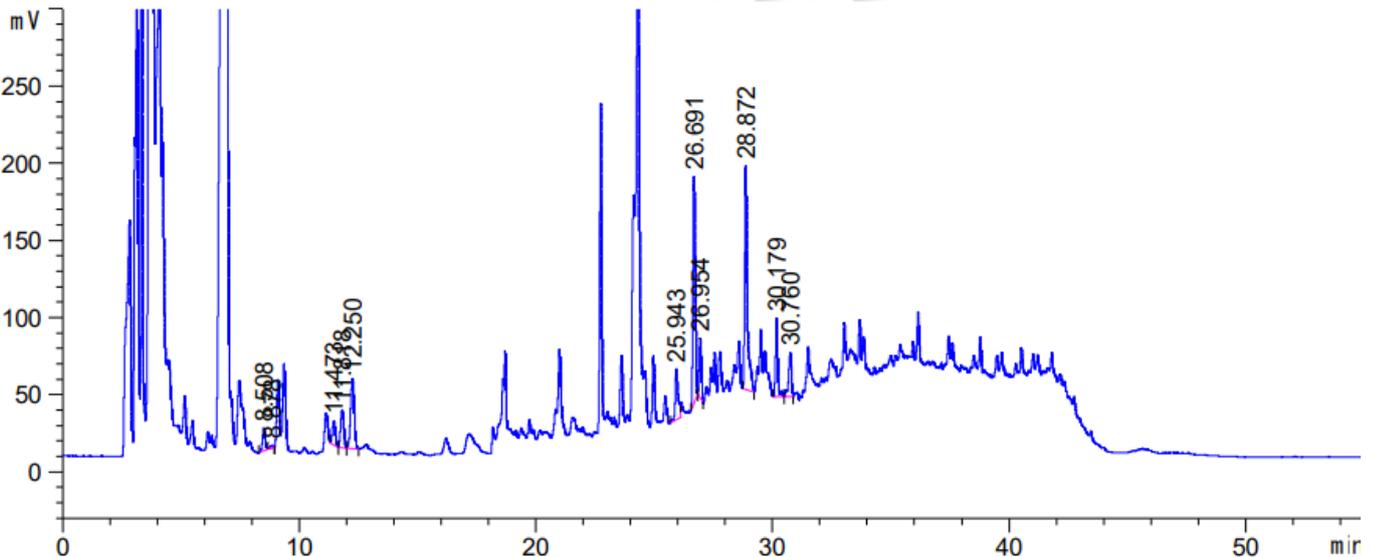
Tel:400-810-6969



1.3 样品 2 溶液检测图谱



1.4 样品 3 溶液检测图谱



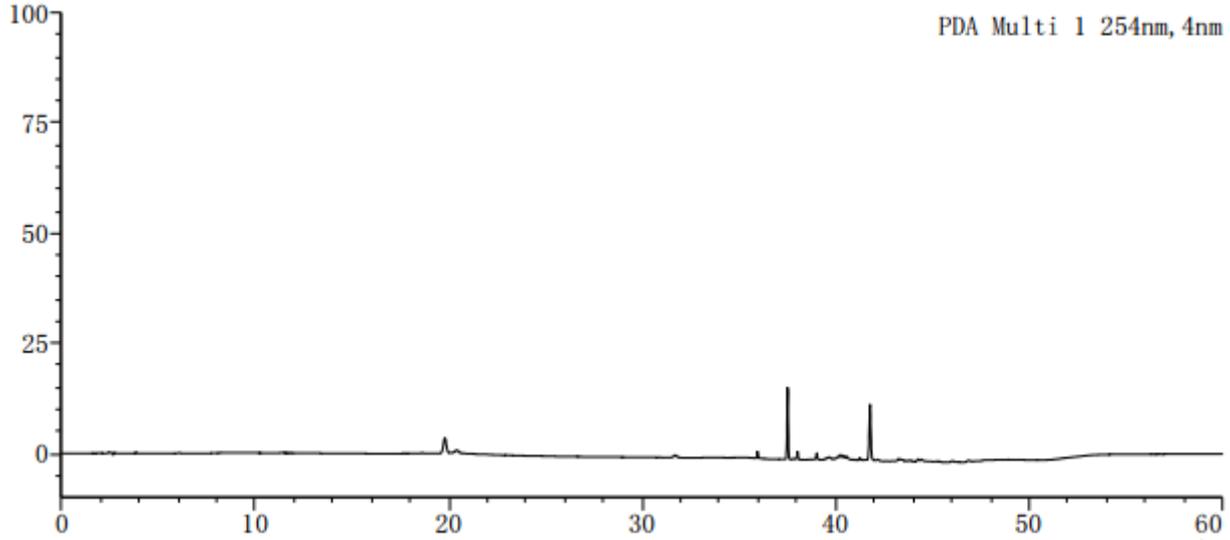
保留时间 [min]	k'	峰面积 [mV*s]	峰高 [mV]	对称 因子	峰宽 [min]	塔板数	分离度	选择性
8.508	-	116.35412	14.84344	0.92	0.1171	29253	-	-
8.878	-	15.08625	1.78048	3.13	0.1004	43309	2.00	1.04
11.473	-	133.17749	15.48922	1.03	0.1383	38118	12.77	1.29
11.818	-	230.82961	24.58079	0.95	0.1546	32376	1.38	1.03
12.250	-	489.12280	45.41825	0.93	0.1687	29192	1.57	1.04
25.943	-	272.47925	32.53474	0.68	0.1144	285022	56.82	2.12
26.691	-	1023.13232	146.16093	0.87	0.1127	310657	3.87	1.03
26.954	-	248.53096	39.14366	0.94	0.1029	380029	1.43	1.01
28.872	-	1126.90808	144.94019	0.57	0.1015	448587	11.02	1.07
30.179	-	343.06259	50.74215	0.94	0.0973	533071	7.73	1.05
30.760	-	240.99088	28.66342	1.81	0.1196	366591	3.14	1.02

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

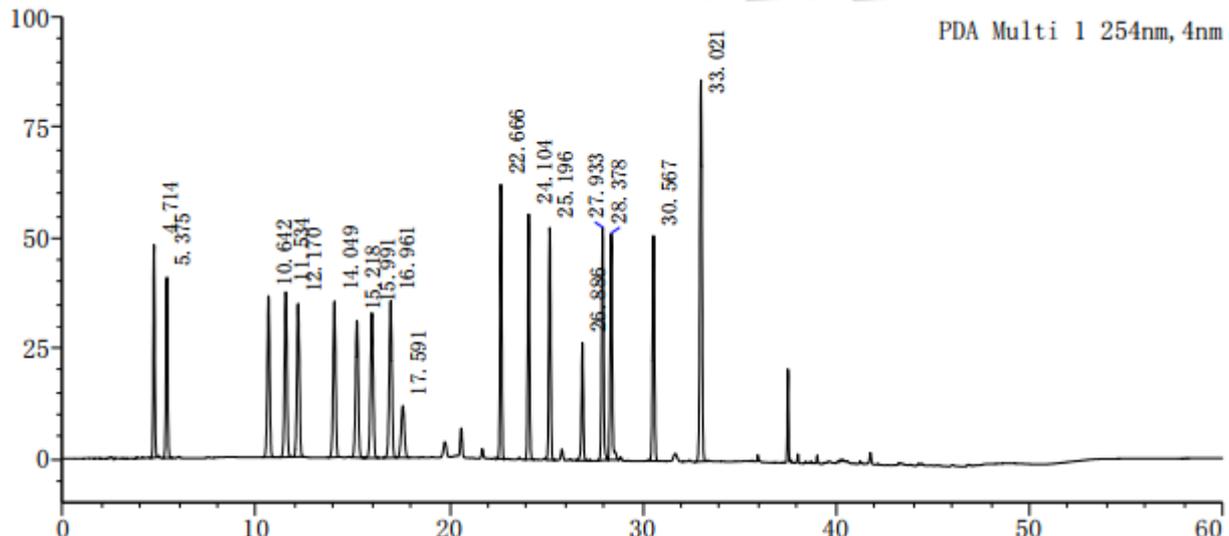


(2) 色谱条件二色谱图

2.1 衍生空白溶液检测图谱



2.2 衍生混合标准溶液检测图谱



峰号	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	4.714	253582	48193	13916	1.045	--
2	5.375	246058	40947	14385	1.023	3.902
3	10.642	308929	36585	32218	0.966	25.295
4	11.534	328634	37452	35474	0.964	3.700
5	12.170	321815	34732	34662	1.025	2.512
6	14.049	316800	35374	50368	0.948	7.344
7	15.218	299214	30970	51525	0.966	4.507
8	15.991	326207	32816	53749	0.962	2.842
9	16.961	349173	35560	62156	0.957	3.541
10	17.591	140736	11801	46403	0.976	2.103
11	22.666	364553	62160	261645	0.998	20.144
12	24.104	358162	55579	262742	0.996	7.871
13	25.196	354801	52653	265623	0.987	5.691
14	26.886	171949	26602	341744	0.933	8.907
15	27.933	370702	52538	308383	1.014	5.434
16	28.378	373036	51175	313861	1.027	2.206
17	30.567	365367	51023	352960	0.984	10.717
18	33.021	644024	86427	384610	0.977	11.723
总计		5893740	782588			

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

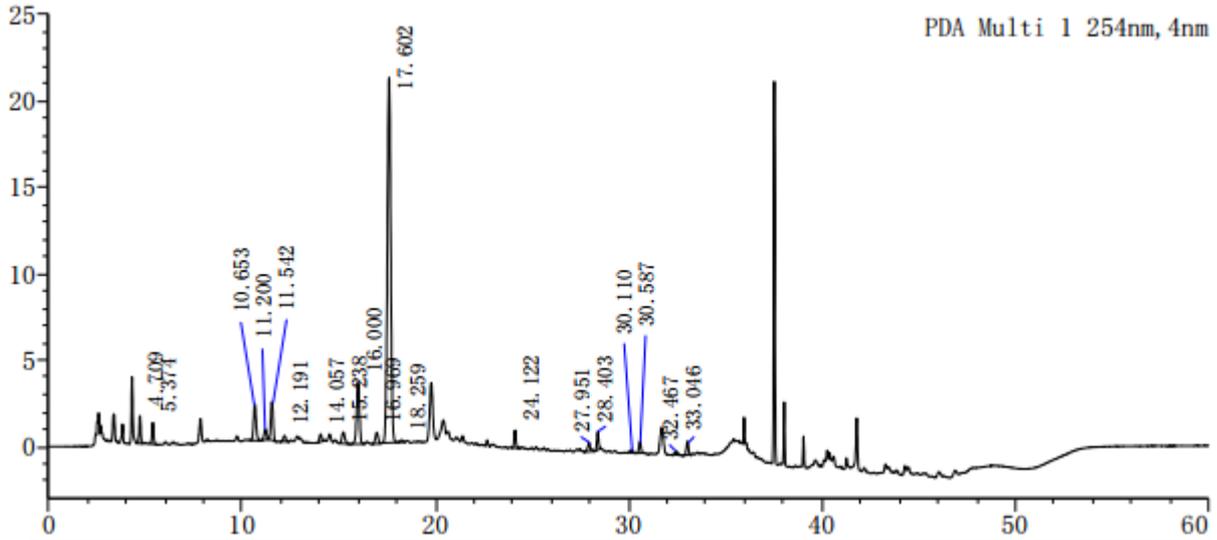
Add:浙江省金华市婺城区双林南街168号

Add:江苏省南京市六合区天圣路22号F栋4楼

Tel:400-810-6969



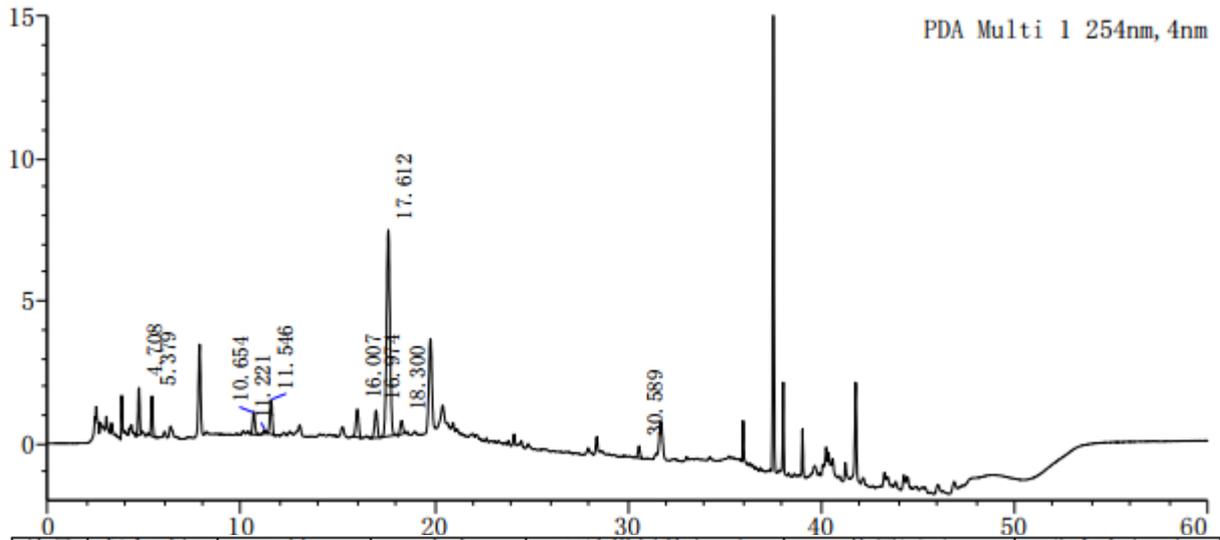
2.3 衍生样品 1 溶液检测图谱



峰号	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	4.709	9037	1605	13470	0.952	--
2	5.374	7449	1239	14712	1.126	3.919
3	10.653	19179	2111	28748	1.122	24.634
4	11.200	5470	605	30863	0.904	2.160
5	11.542	18333	2213	38037	0.977	1.392
6	12.191	3070	346	38226	0.965	2.672
7	14.057	3649	448	59115	0.930	7.764
8	15.238	6996	648	41732	1.103	4.458
9	16.000	35867	3549	53014	0.928	2.646
10	16.969	6494	660	61109	0.889	3.507
11	17.602	257065	21106	44983	1.004	2.086
12	18.259	1404	126	56470	0.853	2.056
13	24.122	6793	1019	260165	1.041	23.615
14	27.951	5057	516	205810	1.142	17.582
15	28.403	6854	1031	342311	0.977	2.050
16	30.110	1821	164	138384	1.508	6.593
17	30.587	4873	649	327579	0.948	1.774
18	32.467	2170	198	185430	1.282	7.294
19	33.046	5929	797	381006	0.971	2.248
总计		407510	39030			



2.4 衍生样品 2 溶液检测图谱



峰号	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	4.708	9744	1651	11470	0.932	--
2	5.379	8306	1407	15081	1.049	3.823
3	10.654	6844	792	31835	1.260	25.481
4	11.221	1072	130	35698	0.949	2.378
5	11.546	9958	1186	36957	0.963	1.361
6	16.007	9684	981	54095	0.991	17.306
7	16.974	9507	969	61992	0.945	3.532
8	17.612	88945	7235	44331	1.002	2.101
9	18.300	4583	464	69558	0.995	2.247
10	30.589	3181	415	313389	1.001	49.540
总计		151823	15229			

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11页

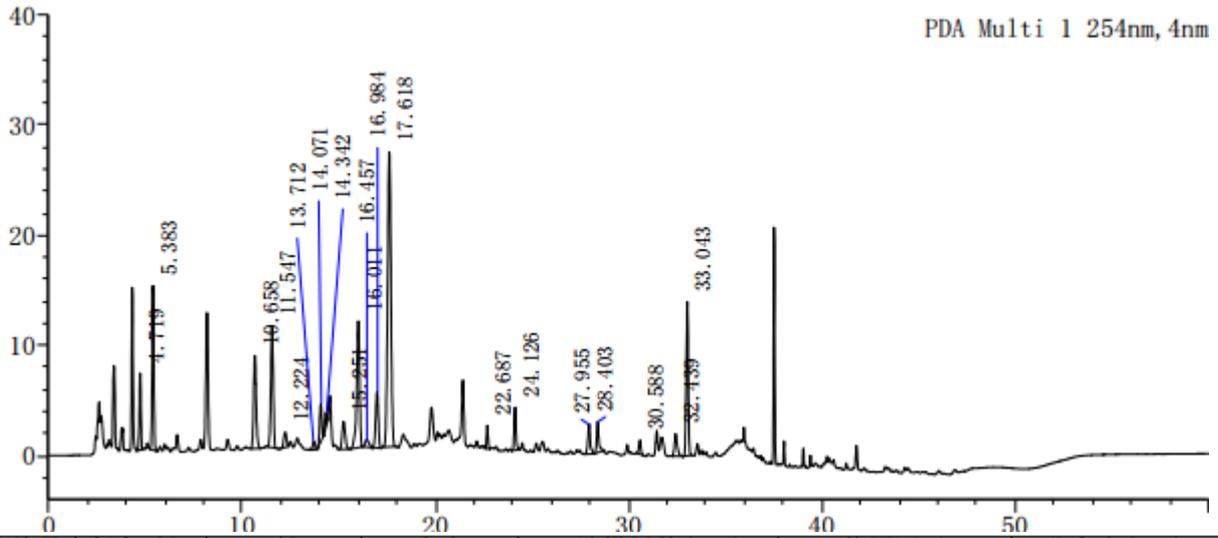
邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500



2.5 衍生样品 3 溶液检测图谱



峰号	保留时间	面积	高度	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1	4.719	39215	6979	12659	0.950	--
2	5.383	89964	14951	14733	1.020	3.846
3	10.658	77633	8432	28023	1.095	24.416
4	11.547	95302	11042	36090	0.950	3.570
5	12.224	13936	1403	32332	0.937	2.632
6	13.712	6131	746	54707	0.965	5.876
7	14.071	27541	3440	61232	0.893	1.552
8	14.342	9483	1299	87711	0.821	1.286
9	15.251	27670	2510	39466	1.085	3.631
10	16.011	121720	11499	52474	0.800	2.593
11	16.457	9192	697	30067	1.101	1.352
12	16.984	49291	5116	62748	0.932	1.619
13	17.618	318300	26777	46326	0.987	2.119
14	22.687	11815	2109	285572	1.075	20.390
15	24.126	26717	3899	247274	1.099	7.907
16	27.955	23194	2739	257514	1.135	18.479
17	28.403	22050	2784	296441	1.420	2.090
18	30.588	9137	1257	333602	0.999	10.392
19	32.439	20497	2036	235817	1.311	7.728
20	33.043	103609	13967	384802	0.974	2.515
总计		1102397	123682			

3. 结论

使用月旭 Ultimate® Amino Acid Plus (4.6×300mm, 5μm) 和月旭 Ultimate® Amino Acid (4.6×250mm, 5μm) 两款色谱柱, 在以上色谱条件下, 均满足检测要求。

报告人: Meepo

审核人: Wu XM

日期: 2023/08/23

