

测试报告

样品信息			
样品名称	虾肉	项目编号	20230814-734
样品批号	/	样品性状	/
收样日期	2023/08/16	测试期间	2023/08/16-2023/08/23
标样信息			
名称	规格	数量	
脱氢胆酸	客户提供	/	
脱氢胆酸-D4	客户提供	/	
实验要求			
优化前处理方法、验证方法回收率			
参考方法			
客户方法			
试剂信息			
试剂名称	级别	品牌	
甲醇	HPLC	月旭	
乙腈	HPLC	月旭	
正己烷	HPLC	月旭	
仪器信息			
仪器厂家		仪器型号	
Waters		Xevo TQ-S micro	

1. 试验过程

1.1. 色谱条件

色谱柱	Ultimate® ODS-3 (2.1×100mm,3μm)
流动相	A: 水; B: 甲醇;
柱温	30°C
流速	0.2 mL/min
进样量	5 μL

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



	时间/min	A/%	B/%
洗脱程序	0	90	10
	1	90	10
	1.5	5	95
	5	5	95
	5.1	90	10
	8	90	10
注意事项	/		

1.2. 质谱条件

● 质谱条件：

离子源：ESI

检测方式：MRM

干燥气：氮气，550℃，流速：1000L/Hr

碰撞气：氩气

离子喷雾电压：1kV

名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	Cone (V)	Collision (V)	Polarity
脱氢胆酸	401.5	249.4	56	26	Negative
		331.4		20	
脱氢胆酸-D4	405.5	71.3	80	40	Negative
		249.5		26	

1.3. 溶液配制

1.3.1. 溶液配制

50 %甲醇水溶液：准确量取乙腈 50 mL 和水 50 mL，混合均匀；

1.3.2 标准溶液配制

500 ng/mL 脱氢胆酸-D4 标准使用液：客户提供；

100 µg/mL 脱氢胆酸标准储备液：称量客户提供脱氢胆酸样品 1 mg 于 10 mL 容量瓶中，用乙腈定容至刻度线，混匀后待用；

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



500 ng/mL 脱氢胆酸标准使用液：取 100 μ g/mL 脱氢胆酸标准储备液 50 μ L 于 10 mL 容量瓶中，用乙腈定容至刻度线，混匀后待用；

1.3.3 样品溶液配制：（虾肉基质）

称取 2 g（精确到 0.01 g）均质试样于 50 mL 离心管中，500 ng/mL 脱氢胆酸-D4 标准使用液、500 ng/mL 脱氢胆酸标准使用液各 50 μ L 准确加入 20 mL 乙腈，涡旋振荡 1 min，超声提取 10 min，4500 r/min 离心 5 min，收集上清液于另一刻度离心管中。离心后的残渣用 20 mL 乙腈重复上述提取步骤一次，合并上清液，于 40℃ 下水浴氮吹至干，残渣用 50 % 甲醇溶液 1 mL 超声溶解 5 min，待上样。

Welchrom® BRP 500 mg/6 mL:

活化：5 mL 甲醇、5 mL 水；

上样：全部待用样品溶液，流速控制在 1 s/滴；

淋洗：用 5 mL 水淋洗，弃去流出液，抽干 5 min 以上；

洗脱：用 5 mL 甲醇洗脱，收集全部洗脱液；

将洗脱液于 40℃ 下水浴氮吹至干，用 50 % 甲醇溶液 1 mL 溶解，混匀，过 0.22 μ m 尼龙滤膜，待测。

1.3.4.1 样品量

方法空白(Methed Blank)、基质空白 (Sample)、基质曲线 (Sample+Std) 基质加标(Spike1、Spike2)、方法加标(Methed Spike)

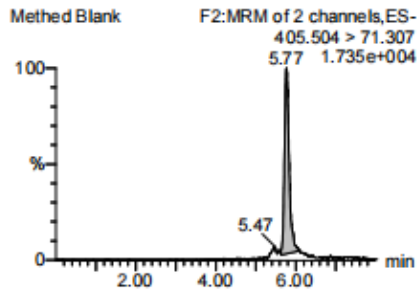
1.3.4.2 谱图和数据

(1) 方法空白(Methed Blank)、溶液检测图谱



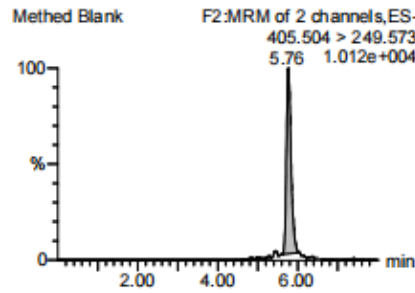
Decholin-d4

Methed Blank



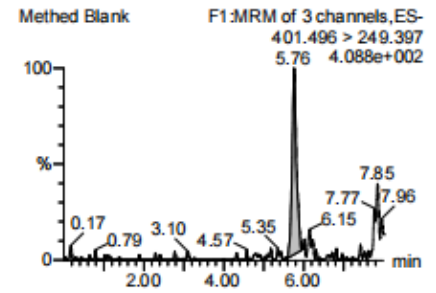
Decholin-d4

Methed Blank



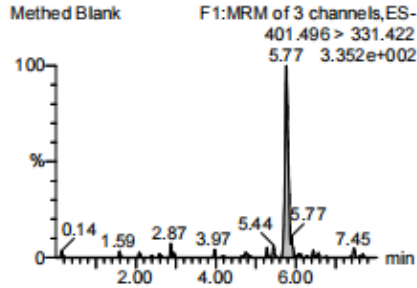
Decholin

Methed Blank



Decholin

Methed Blank

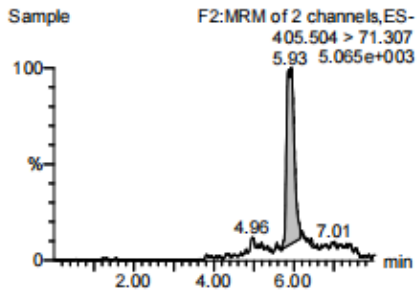


Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Methed Blank	Decholin-d4	405.504 ...	5.77	2182.237	MM	2.153	1.770		17695...
Methed Blank	Decholin	401.496 ...	5.76	48.502	MM	0.294	1.541		30858...

(2) 基质空白 (Sample) 溶液检测图谱

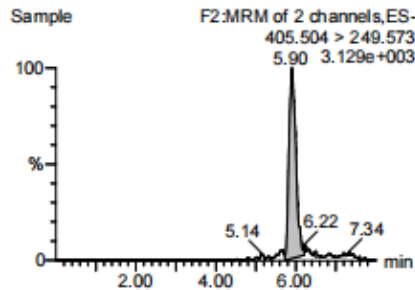
Decholin-d4

Sample



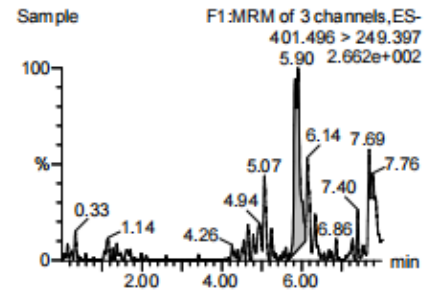
Decholin-d4

Sample



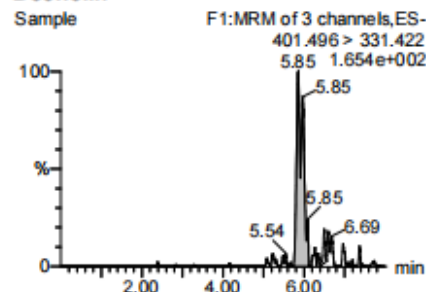
Decholin

Sample



Decholin

Sample



Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Sample	Decholin-d4	405.504 ...	5.93	1009.844	MM	0.996	1.649		27186...
Sample	Decholin	401.496 ...	5.90	39.539	MM	0.518	1.351		68045...

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

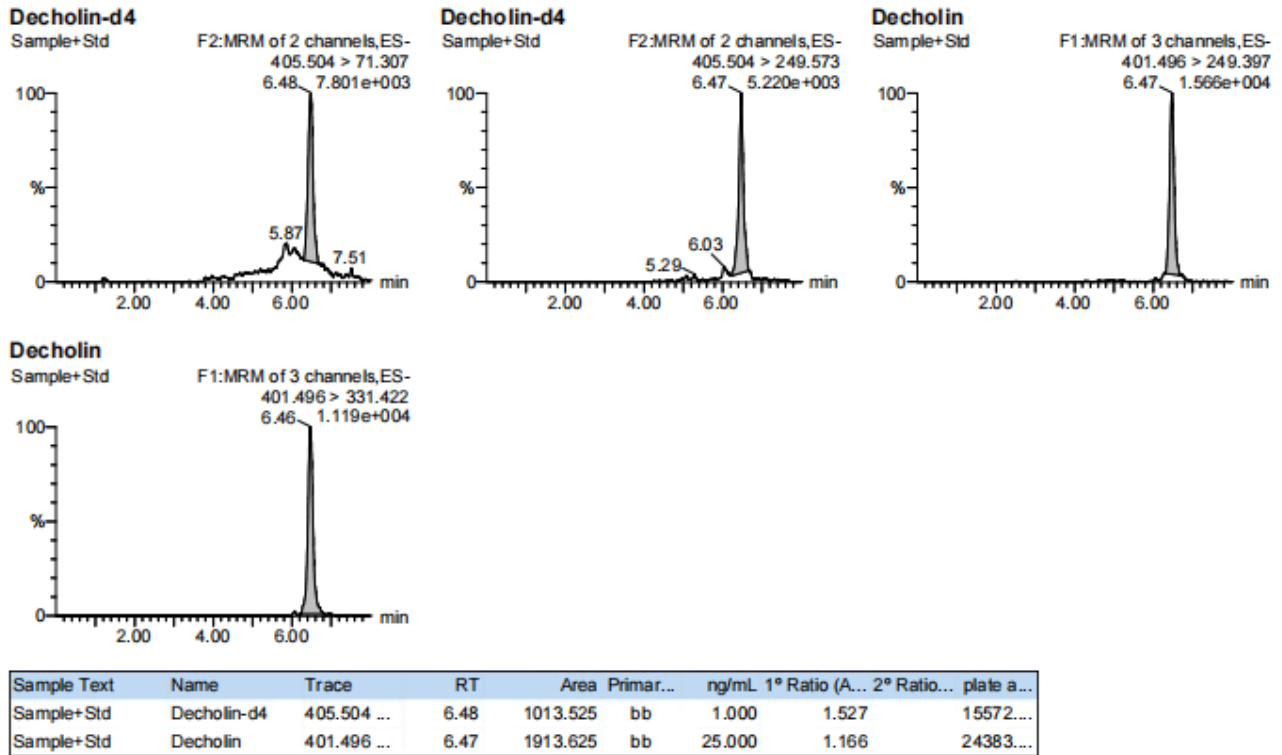
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

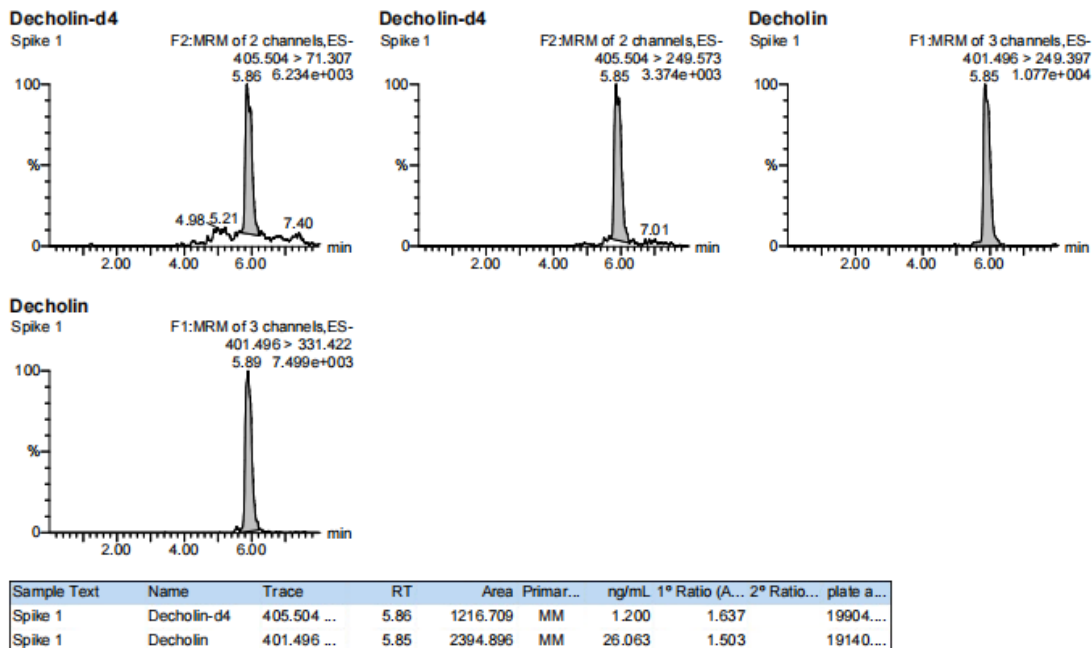
Tel:400-810-6969



(3) 基质曲线 (Sample+Std) 溶液检测图谱

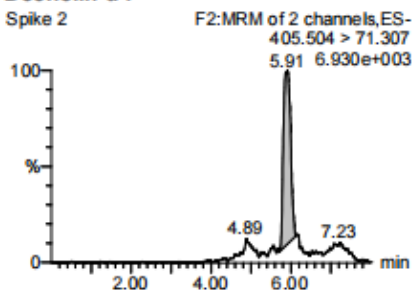


(4) 基质加标(Spike1、Spike2) 溶液检测图谱



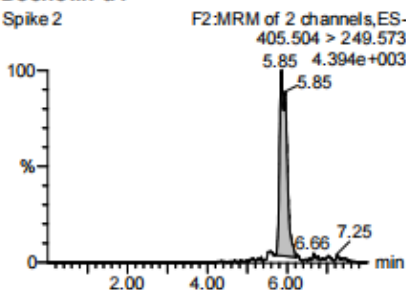
Decholin-d4

Spike 2



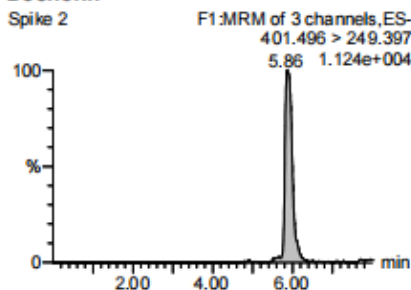
Decholin-d4

Spike 2



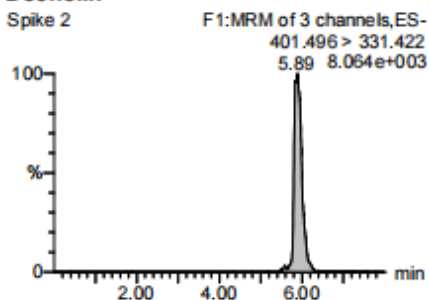
Decholin

Spike 2



Decholin

Spike 2

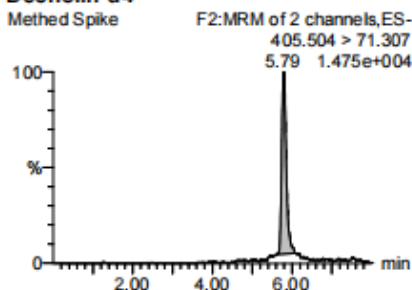


Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Spike 2	Decholin-d4	405.504 ...	5.91	1290.582	MM	1.273	1.530		3326.83
Spike 2	Decholin	401.496 ...	5.86	2395.329	MM	24.575	1.365		4365.25

(5) 方法加标(Methed Spike)溶液溶液检测图谱

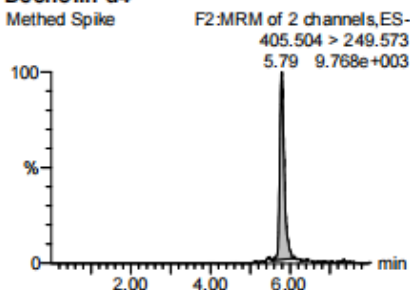
Decholin-d4

Methed Spike



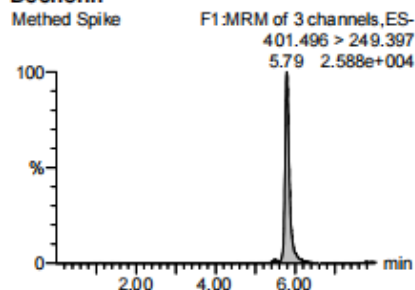
Decholin-d4

Methed Spike



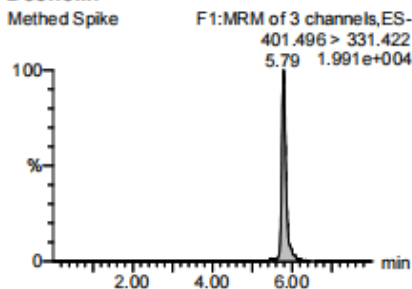
Decholin

Methed Spike



Decholin

Methed Spike



Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Methed Spike	Decholin-d4	405.504 ...	5.79	1780.051	MM	1.756	1.509		15205....
Methed Spike	Decholin	401.496 ...	5.79	3346.918	MM	24.896	1.354		21244....

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



1.4 结论

使用 Welchrom® BRP ,500 mg/6 mL SPE 小柱、Ultimate® ODS-3 (2.1×100mm,3μm) 色谱柱以基质曲线 (Sample+Std) 计算基质加标(Spike1、Spike2)回收率为 104.3%、98.3%，回收率符合要求。

报告人:Chilli

审核人:Tim

日期:2023/08/23

