

测试报告

样品信息			
样品名称	猪肉	项目编号	SHZ-20231103-003
样品批号	/	样品性状	/
收样日期	2023/12/04	测试期间	2023/12/11-2023/12/15
标样信息			
名称	规格	数量	
盐酸替扎尼定	10 mg	1 瓶	
盐酸噻拉嗪	10 mg	1 瓶	
溴莫尼定	10 mg	1 瓶	
安普乐定	10 mg	1 瓶	
可乐定	10 mg	1 瓶	
实验要求			
验证 SPE 小柱回收率			
参考方法			
GB 31660.6-2019			
试剂信息			
试剂名称	级别	品牌	
乙腈	HPLC	月旭	
甲酸	GC	麦克林	
甲醇	HPLC	月旭	
氨水	AR	泰坦	
无水碳酸钠	AR	泰坦	
碳酸氢钠	AR	麦克林	
乙酸乙酯	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

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 33

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500



1.1. 色谱条件

色谱柱	Ultimate®UHPLC AQ-C18 (2.1×100mm,1.8μm)		
流动相	A: 乙腈; B:0.2%甲酸溶液 ;		
柱温	30°C		
流速	0.3 mL/min		
进样量	1 μL		
参考色谱条件	时间/min	A/%	B/%
	0.00	10	90
	3.00	30	70
	4.00	30	70
	4.50	80	20
	5.50	80	20
	5.60	10	90

1.2. 质谱条件

● 质谱条件:

离子源: ESI

检测方式: MRM

干燥气: 氮气, 200 °C, 流速: 550 L/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
盐酸替扎尼定	254.2	59.2	54	28	Positive
		210.3		28	
		254.1		26	
盐酸噻拉嗪	221.3	90.1	2	22	Positive
		164.2		20	
溴莫尼定	292.2	156.2	64	40	Positive
		212.3		30	

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 2 页 共 33

邮编: 201600

邮编: 321000

邮编: 211500



安普乐定	245.2	174.2	8	24	Positive
		209.2		22	
可乐定	230.2	59.2	44	24	Positive
		124.2		46	
		213.1		24	

1.3. 溶液配制

1.3.1. 加标浓度：

盐酸替扎尼定、盐酸噻拉嗪、溴莫尼定、安普乐定、可乐定：10 ng/mL。

1.3.2. 流动相配制：

0.2%甲酸水溶液：取甲酸 1 mL，用水定容至 500 mL，摇匀待用；

1.3.3. 溶液配制：

碳酸钠溶液：取无水碳酸钠 10.6 g，用水溶解并稀释至 100 mL。

碳酸氢钠缓冲溶液：取碳酸氢钠 8.4 g，用水溶解并稀释至 100 mL。

碳酸钠缓冲溶液：取碳酸钠溶液 90 mL、碳酸氢钠溶液 10 mL，混匀，现用现配。

甲酸-乙腈溶液：取 0.2%甲酸溶液 80 mL，加乙腈 20 mL，混匀。

5%氨水甲醇溶液：取氨水 5 mL，用甲醇稀释至 100 mL。

1.3.4. 标准溶液配制：

将上标准品溶液用甲醇稀释至 0.5 mg/L，供仪器调谐使用；

1.3.5 样品溶液配制：（猪肉）

称取 2 g 样品（准确至±20 mg）于 50 mL 离心管中，准确加入 5 mL 碳酸钠缓冲溶液，振荡混匀，加入乙酸乙酯 10 mL，涡旋 30 s 充分振荡，于 8000 r/min 离心 5 min，吸取上清液于鸡心瓶中，下层溶液中加入乙酸乙酯 10 mL 重复提取一次，合并两次上清液。于 55°C 下旋转蒸发至干，用 4 mL 甲酸-乙腈溶液溶解残余物，备用。

Welchrom® P-SCX , 60 mg/3 mL：（实验室领用）



活化：3 mL 甲醇、3 mL 水；

上样：4 mL 备用液；

淋洗：3 mL 水、3 mL 甲醇，抽至近干；

洗脱：6 mL 5%氨水甲醇溶液洗脱，收集全部洗脱液；

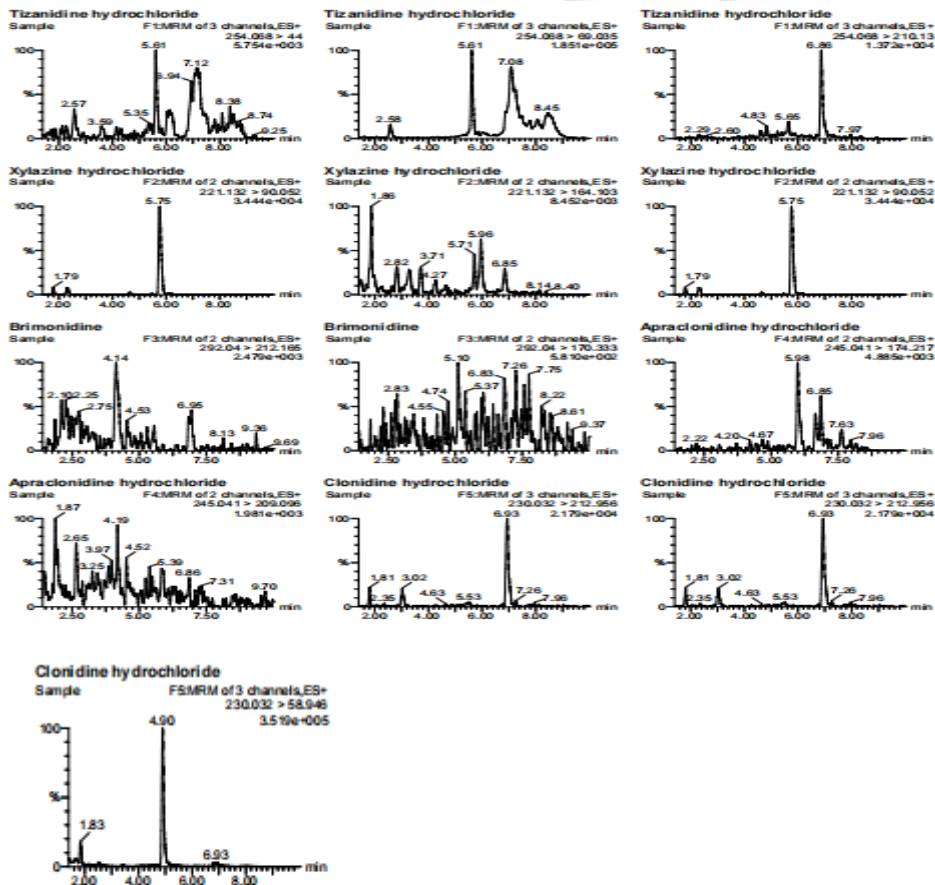
将洗脱液于 60 °C 水浴下氮吹干，用甲酸-乙腈溶液 1 mL 复溶，混匀过 0.22 μm 尼龙滤膜，待测。

1.3.5.1 样品量

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

1.3.5.2 谱图和数据

(1) 基质空白 (Sample) 溶液检测图谱



Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Sample	Tizanidine hy...	254.068 ...	2.27	65.991	db	0.020	0.287	1.947	10851...
Sample	Xylazine hydr...	221.132 ...	4.70	15.333	db	0.000	0.385	1.000	11872...
Sample	Brimonidine	292.04 > ...	1.88	44.297	bb	0.005			7381.16
Sample	Apraclonidine...	245.041 ...	2.22	17.768	bb	0.003	1.478		13630...
Sample	Clonidine hyd...	230.032 ...							

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

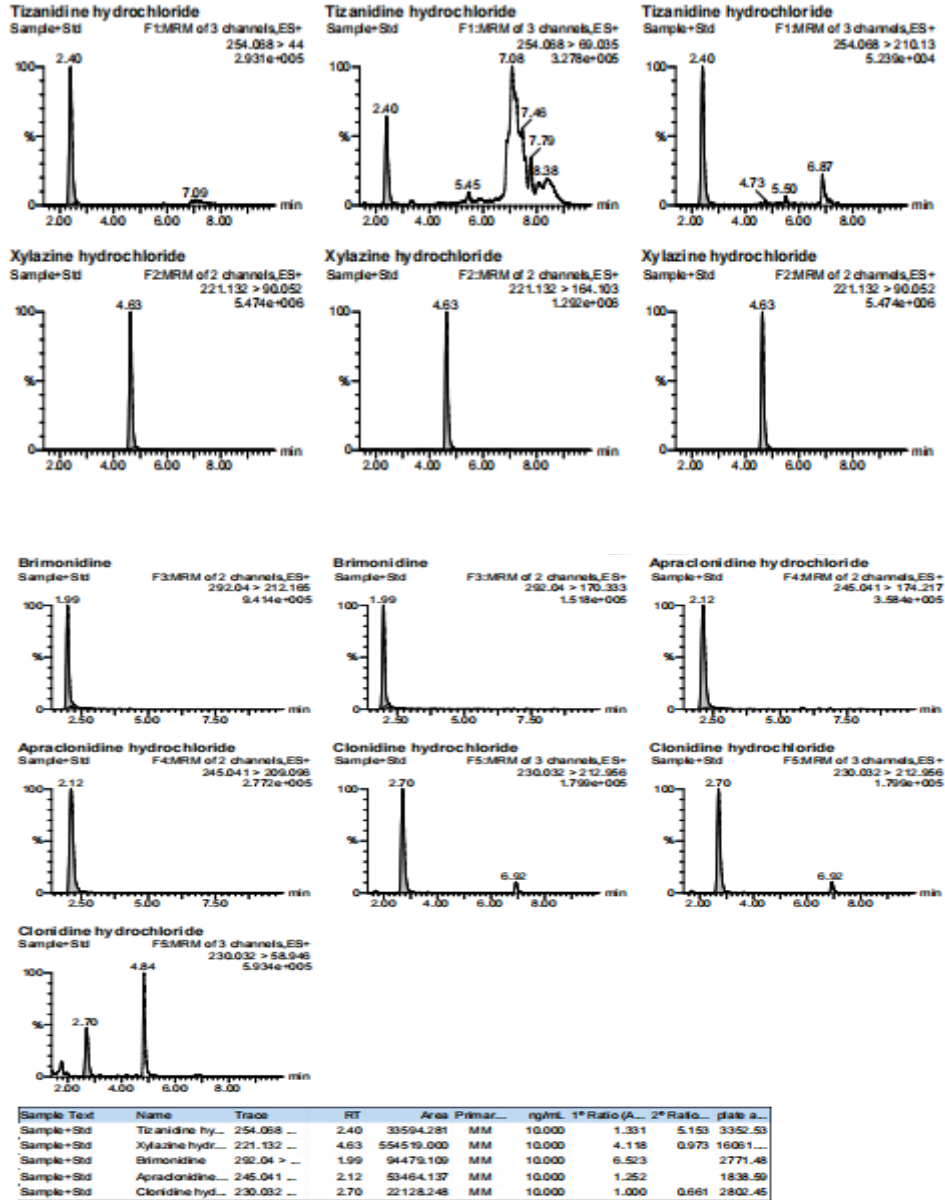
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969

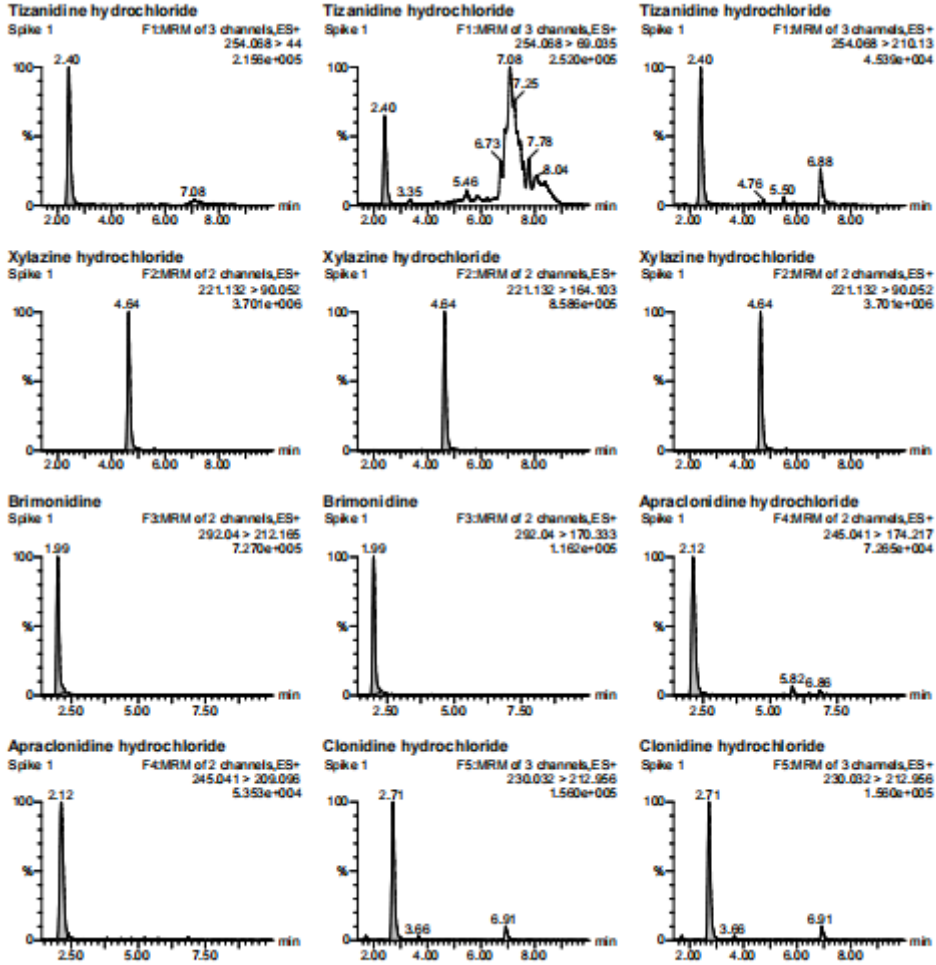


(2) 基质曲线 (Sample+Std) 溶液检测图谱

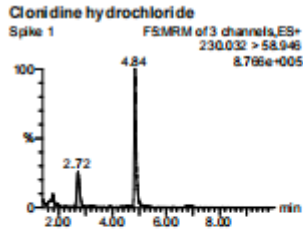


(3) 基质加标(Spike1、Spike2) 溶液检测图谱



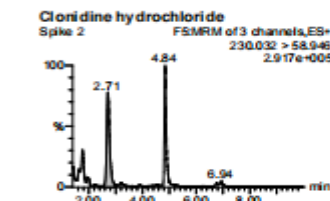
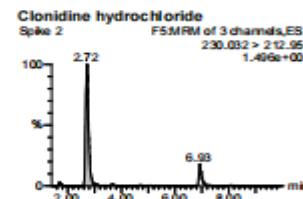
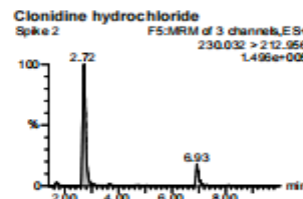
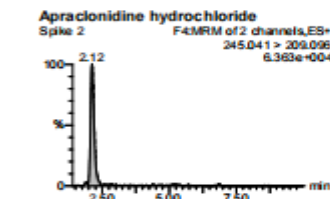
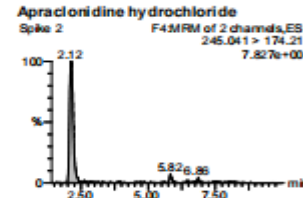
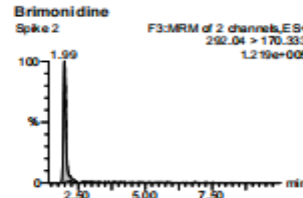
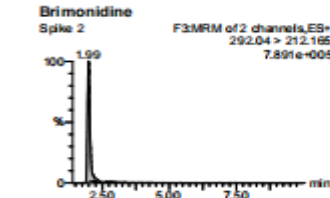
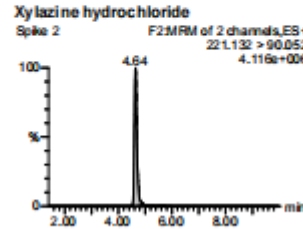
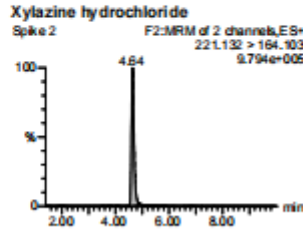
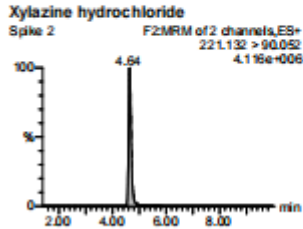
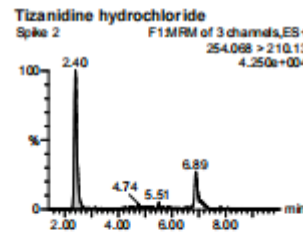
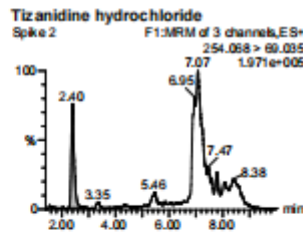
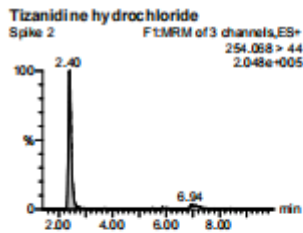


声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。
 Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园.紫荆园 10 号楼
 Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号
 Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼
 Tel:400-810-6969



Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Spike 1	Tizanidine hy...	254.068 ...	2.40	25280.043	bd	7.525	1.338	4.717	3715.93
Spike 1	Xylazine hydr...	221.132 ...	4.64	395194.938	MM	7.127	4.470	1.034	17055...
Spike 1	Brimonidine	292.04 > ...	1.99	83043.984	MM	8.790	6.411		2215.58
Spike 1	Apraclonidine...	245.041 ...	2.12	10774.115	bd	2.015	1.289		1335.00
Spike 1	Clonidine hyd...	230.032 ...	2.71	17702.002	MM	8.000	0.999	0.695	5344.89

Name: 20230517024, Date: 20-May-2023, Time: 10:09:08, Description: Spike 2, Conditions:

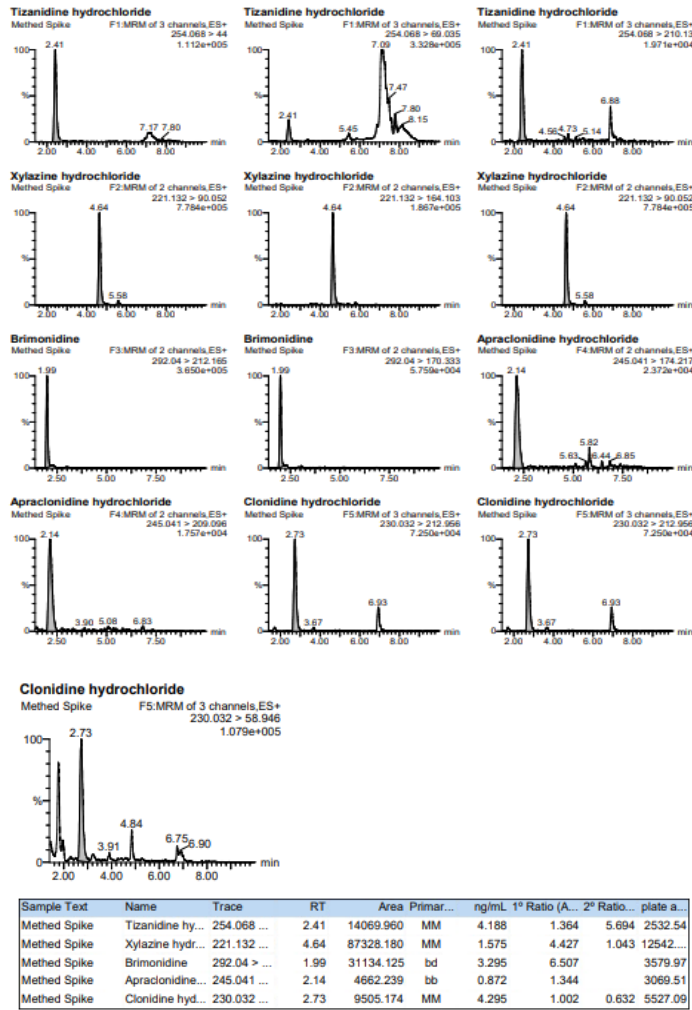


Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Spike 2	Tizanidine hy...	254.068 ...	2.40	24229.621	bd	7.212	1.401	5.127	3942.04
Spike 2	Xylazine hydr...	221.132 ...	4.64	449908.281	MM	8.113	4.409	1.038	14191...
Spike 2	Brimonidine	292.04 > ...	1.99	86759.578	MM	9.183	6.434		2805.82
Spike 2	Apraclonidine...	245.041 ...	2.12	12077.696	bd	2.259	1.258		1311.70
Spike 2	Clonidine hyd...	230.032 ...	2.72	18272.377	MM	8.257	1.002	0.644	5405.94



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) 方法加标(Method Spike)溶液溶液检测图谱



1.3.5.3 结果与分析

替扎尼定、噻拉嗪、溴莫尼定、安普乐定、可乐定回收率分别为 73.4%、76.2%、89.9%、21.4%、84.1%，其中安普乐定回收率偏低。

1.3.6 样品溶液配制：（猪肉）

称取 2 g 样品（准确至±20 mg）于 50 mL 离心管中，准确加入 5 mL 碳酸钠缓冲溶液，振荡混匀，加入乙酸乙酯 10 mL，涡旋 30 s 充分振荡，于 8000 r/min 离心 5 min，吸取上清液于鸡心瓶中，下层溶液中加乙酸乙酯 10 mL 重复提取一次，合并两次上清液。于 55°C 下旋转蒸发至干，用 4 mL 甲酸-乙腈溶液溶解残余物，备用。

Welchrom® P-SCX , 60 mg/3 mL：（研发提供小柱）

活化：3 mL 甲醇、3 mL 水；

上样：4 mL 备用液，收集；



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

淋洗：3 mL 水、3 mL 甲醇，抽至近干，收集；

洗脱：6 mL 5%氨水甲醇溶液洗脱，收集全部洗脱液；

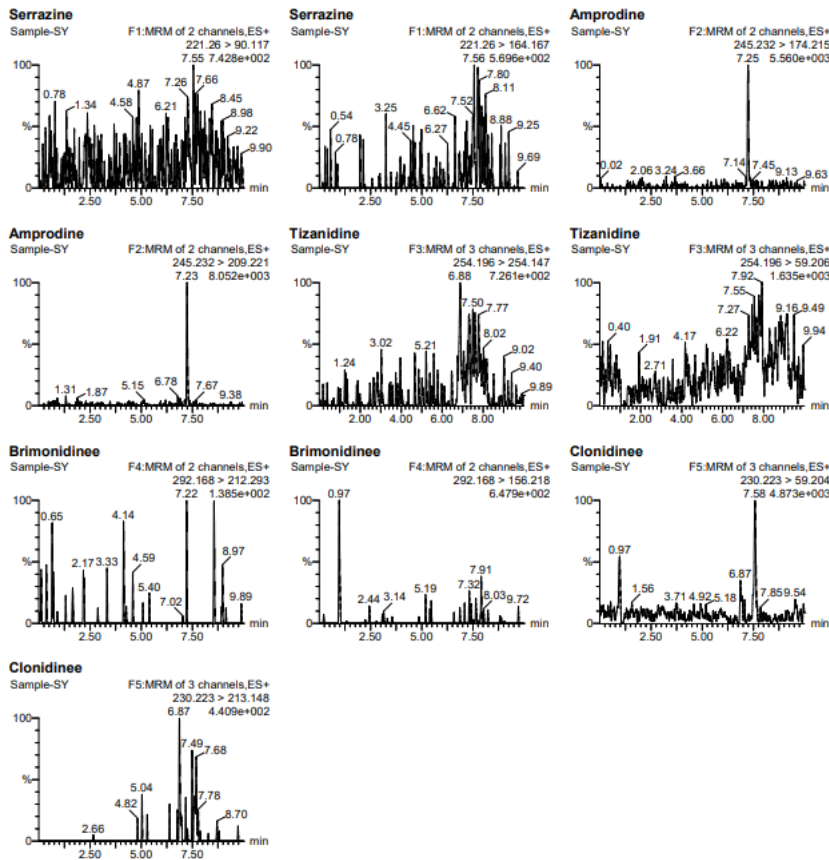
将收集液于 60 °C 水浴下氮吹干，用甲酸-乙腈溶液 1 mL 复溶，混匀过 0.22 μm 尼龙滤膜，待测。

1.3.6.1 样品量

方法空白(Method Blank)、基质空白 (Sample)、基质曲线 (Sample+Std) 基质加标(Spike1、Spike2)、方法加标(Method Spike)、10 ng/mL 混合标准上机溶液。

1.3.6.2 谱图和数据

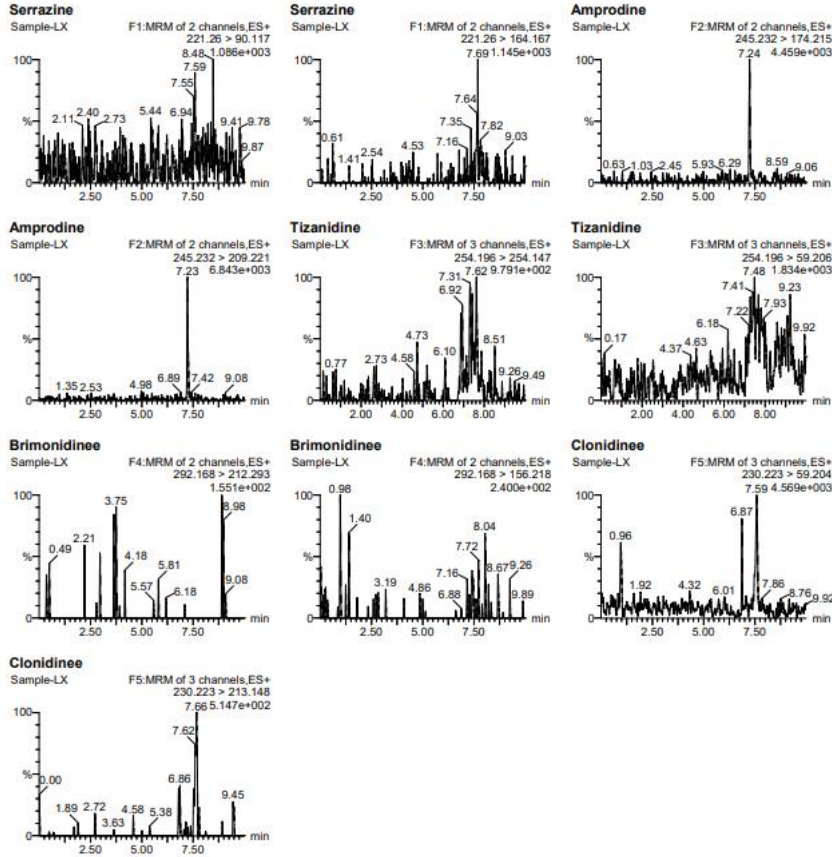
(1) 基质空白 (Sample) 溶液检测图谱 (依次为上样、淋洗、洗脱样品)



Sample Text	Name	Trace	RT	Area Primar...	ng/mL	1 st Ratio (A... 2 nd Ratio... plate a
Sample-SY	Serrazine	221.26 > ...	4.47	1.669	db	0.000 0.288 64526...
Sample-SY	Amprodine	245.232 ...	1.97	20.854	bb	0.009 3.665 18080...
Sample-SY	Tizanidine	254.196 ...	1.88	4.702	db	0.029 0.176 85839...
Sample-SY	Brimonidine	292.168 ...	1.65	1.249	bb	0.005 2.021 66105...
Sample-SY	Clonidine	230.223 ...	2.52	20.295	db	0.114 30.427 30714...

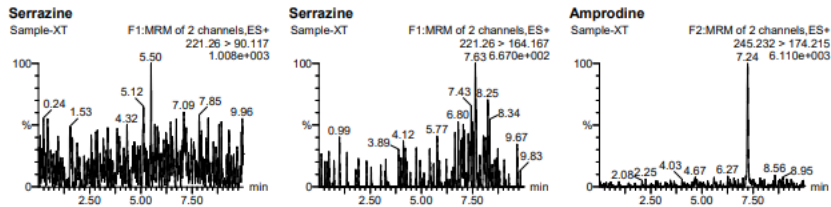


声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。
 Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼
 Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号
 Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼
 Tel:400-810-6969

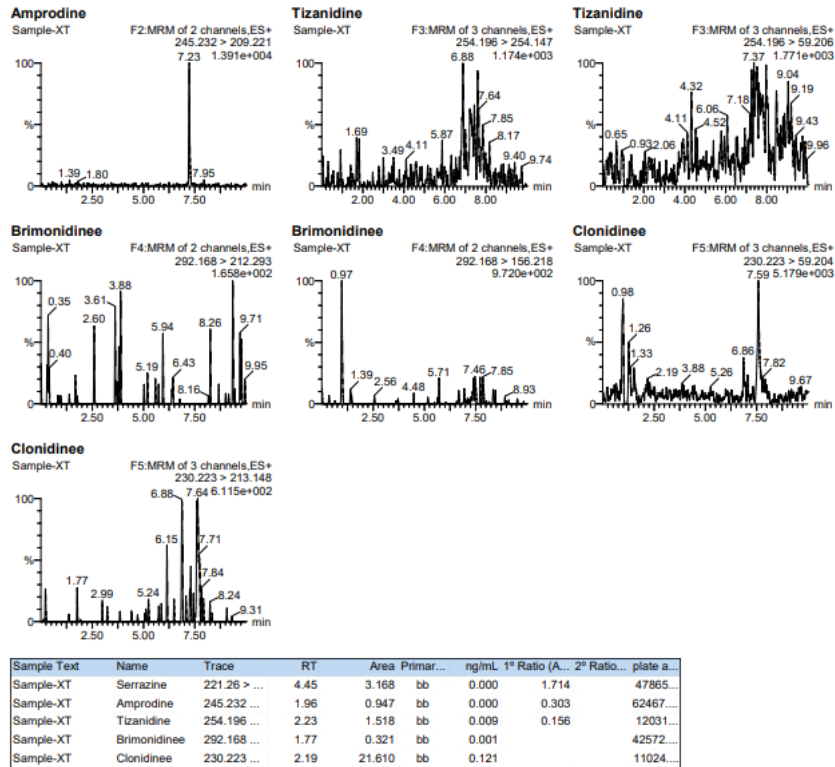


Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1 ^o Ratio (A...	2 ^o Ratio...	plate a...
Sample-LX	Serrazine	221.26 > ...	4.49	5.130	bb	0.001	0.750		52857...
Sample-LX	Amprodine	245.232 ...	1.90	13.105	bb	0.006	2.308		45093...
Sample-LX	Tizanidine	254.196 ...	2.23	3.097	bd	0.019	0.082		22026...
Sample-LX	Brimonidine	292.168 ...	2.21	2.963	bb	0.013	2.399		66459...

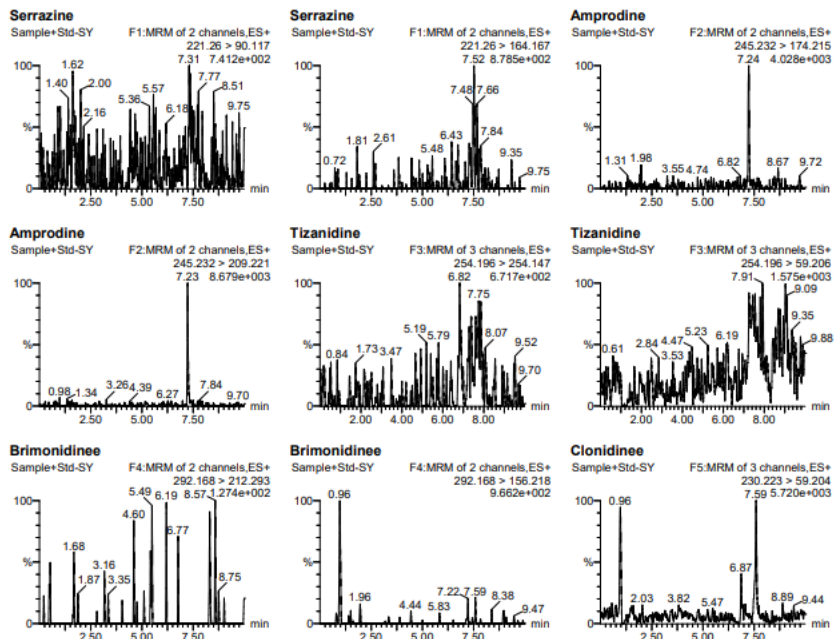
Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1 ^o Ratio (A...	2 ^o Ratio...	plate a...
Sample-LX	Clonidine	230.223 ...	2.66	6.641	bb	0.037	2.226		32233...



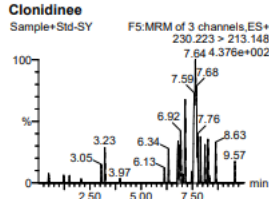
声明: 除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。
 Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾 (中山) 科技园, 紫荆园 10 号楼
 Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号
 Add: 江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼
 Tel: 400-810-6969



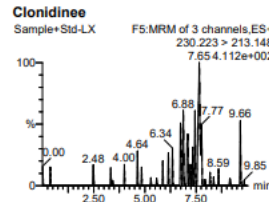
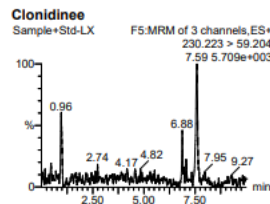
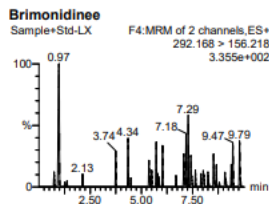
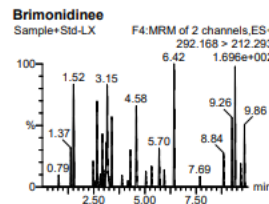
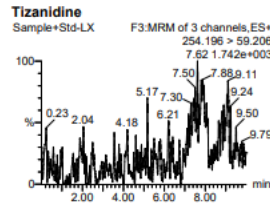
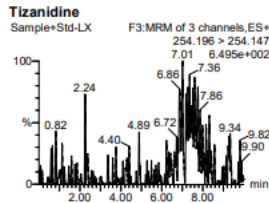
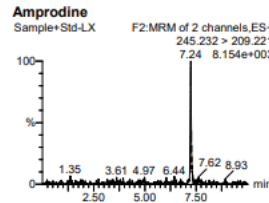
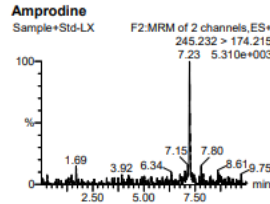
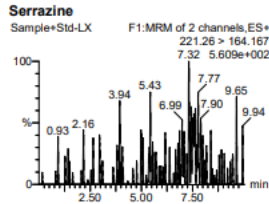
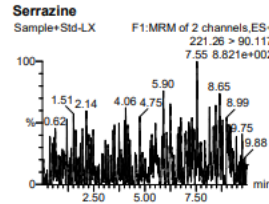
(2) 基质曲线 (Sample+Std) 溶液检测图谱 (依次为上样、淋洗、洗脱样品)



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



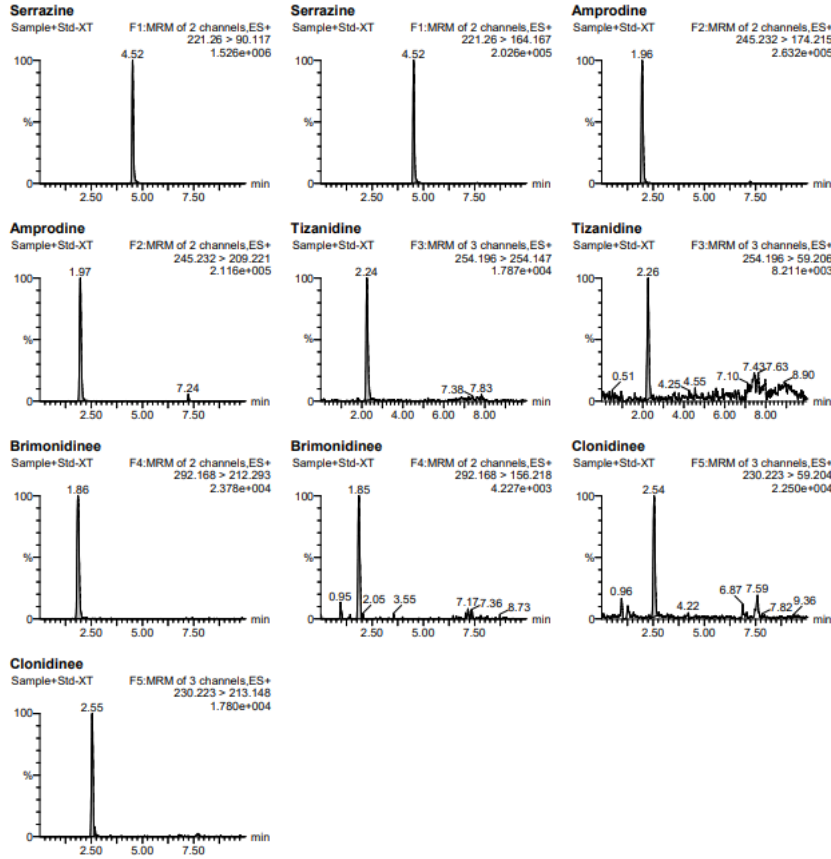
Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Sample+Std-SY	Serrazine	221.26 > ...	4.44	9.353	db	0.001	1.815	44589...	
Sample+Std-SY	Amprodine	245.232 ...	1.98	25.861	db	0.012	11.707	29991...	
Sample+Std-SY	Tizanidine	254.196 ...	2.31	4.905	bb	0.031	0.387	21784...	
Sample+Std-SY	Brimonidinee	292.168 ...	1.87	0.960	bb	0.004	0.194	84351...	
Sample+Std-SY	Clonidinee	230.223 ...	2.55	17.595	dd	0.099		20027...	



Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
Sample+Std-LX	Serrazine	221.26 > ...	4.27	11.142	db	0.001	34.603	15501...	
Sample+Std-LX	Amprodine	245.232 ...	1.96	5.146	bb	0.002	0.657	26937...	
Sample+Std-LX	Tizanidine	254.196 ...	2.24	17.616	bd	0.110	0.847	19176...	
Sample+Std-LX	Brimonidinee	292.168 ...	1.52	4.519	bb	0.020	4.112	41075...	
Sample+Std-LX	Clonidinee	230.223 ...	2.58	6.024	dd	0.034	2.737	93340...	

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

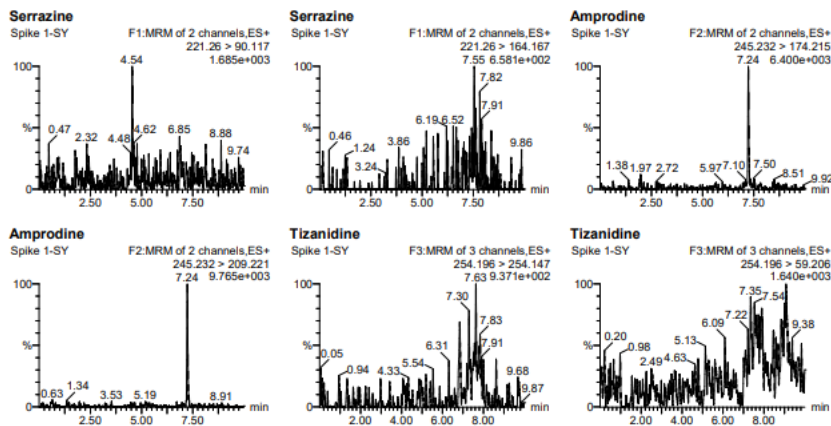




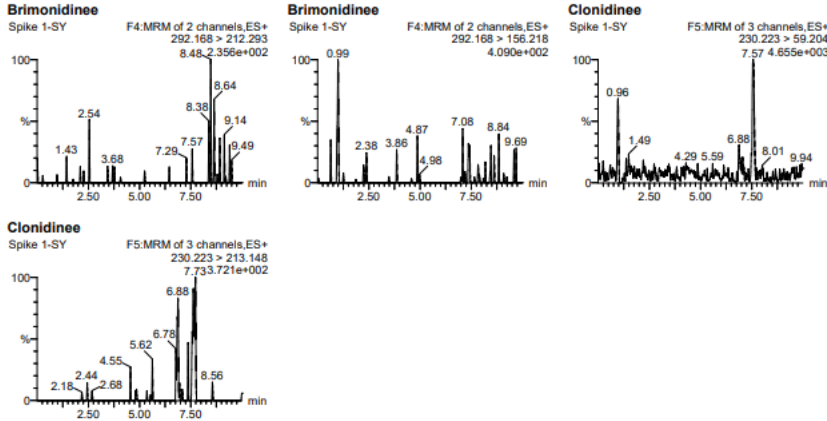
Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1 st Ratio (A...	2 nd Ratio...	plate a...
Sample+Std-XT	Serrazine	221.26 > ...	4.52	114069.430	bd	11.534	7.413		32289...
Sample+Std-XT	Amprodine	245.232 ...	1.96	23164.330	bb	10.496	1.240		3637.86
Sample+Std-XT	Tizanidine	254.196 ...	2.24	1749.168	bb	10.900	2.339		4005.31
Sample+Std-XT	Brimonidinee	292.168 ...	1.86	2738.952	bb	11.871	6.580		1383.64

Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1 st Ratio (A...	2 nd Ratio...	plate a...
Sample+Std-XT	Clonidine	230.223 ...	2.54	2200.323	bb	12.345	1.430		4030.46

(3) 基质加标(Spike1、Spike2) 溶液检测图谱 (依次为上样、淋洗、洗脱样品)

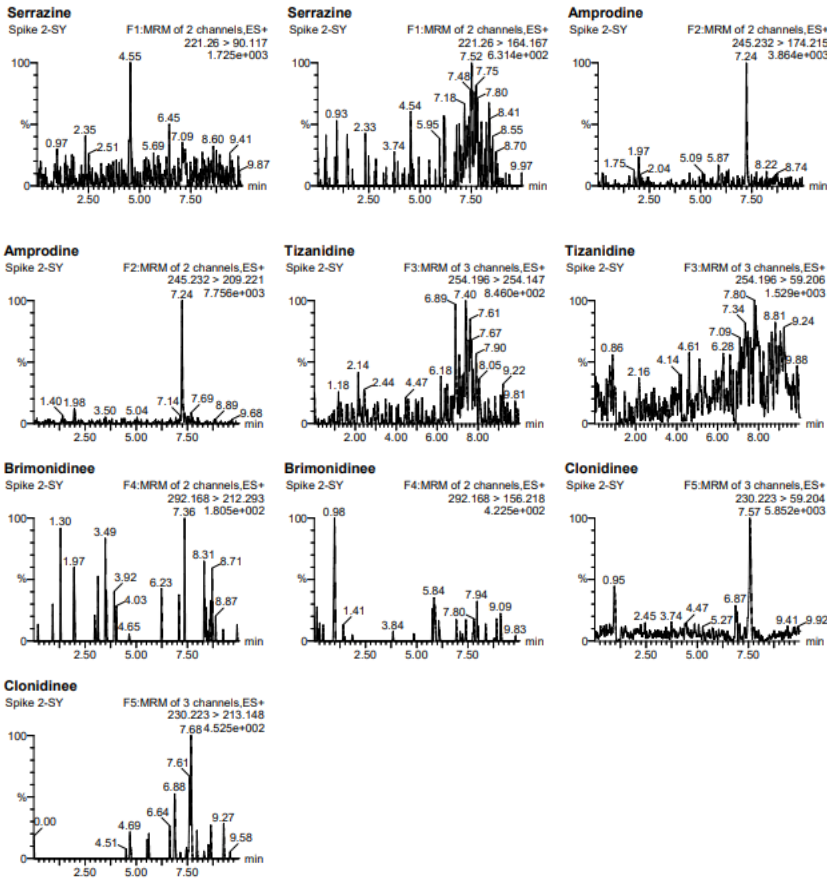


声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。
 Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园.紫荆园 10 号楼
 Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号
 Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼
 Tel:400-810-6969



Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1 st Ratio (A...	2 nd Ratio...	plate a...
Spike 1-SY	Serrazine	221.26 > ...	4.48	10.281	bd	0.001	7.678		69387...
Spike 1-SY	Amprodone	245.232 ...	1.97	32.035	db	0.015	2.068		29600...
Spike 1-SY	Tizanidine	254.196 ...	2.23	5.216	bb	0.033	0.198		19369...
Spike 1-SY	Brimonidinee	292.168 ...	1.75	0.201	bb	0.001	0.593		74219...
Spike 1-SY	Clonidinee	230.223 ...	2.57	10.402	bd	0.058	11.532		54076...

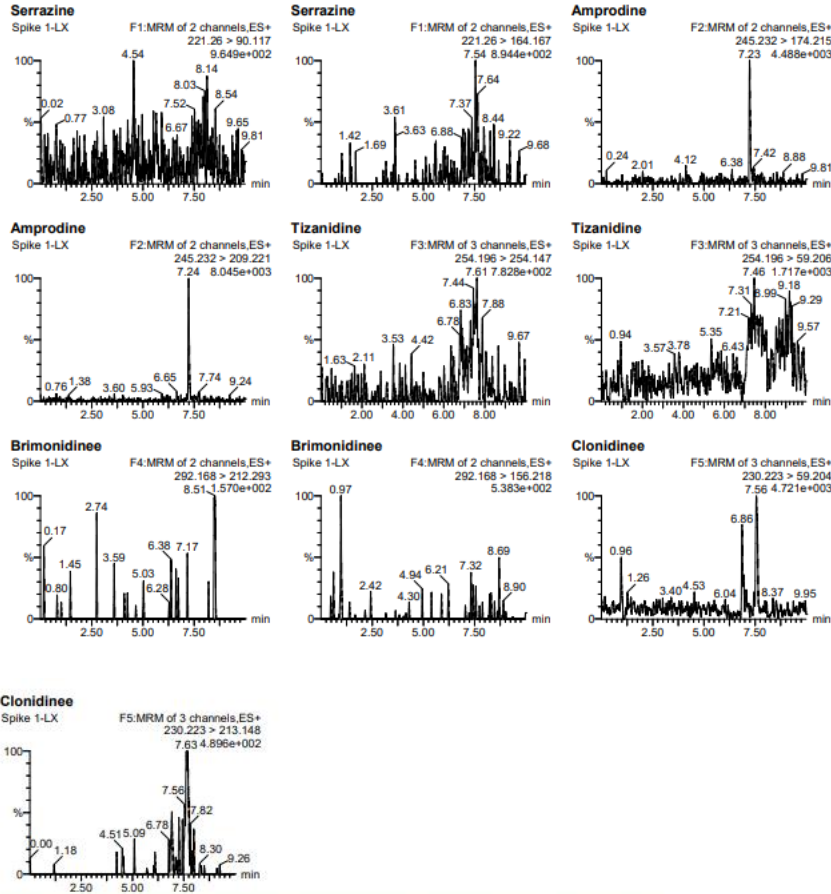
Name: 20231201051, Date: 08-Dec-2023, Time: 20:31:57, Description: Spike 2-SY, Conditions:



Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1 st Ratio (A...	2 nd Ratio...	plate a...
Spike 2-SY	Serrazine	221.26 > ...	4.55	122.704	bb	0.012			13418...
Spike 2-SY	Amprodone	245.232 ...	1.97	43.758	bd	0.020	0.967		34647...
Spike 2-SY	Tizanidine	254.196 ...	2.22	2.979	bb	0.019	0.449		76549...
Spike 2-SY	Brimonidinee	292.168 ...	1.97	4.728	bb	0.020	7.274		40904...
Spike 2-SY	Clonidinee	230.223 ...	2.54	13.660	bb	0.077			10465...

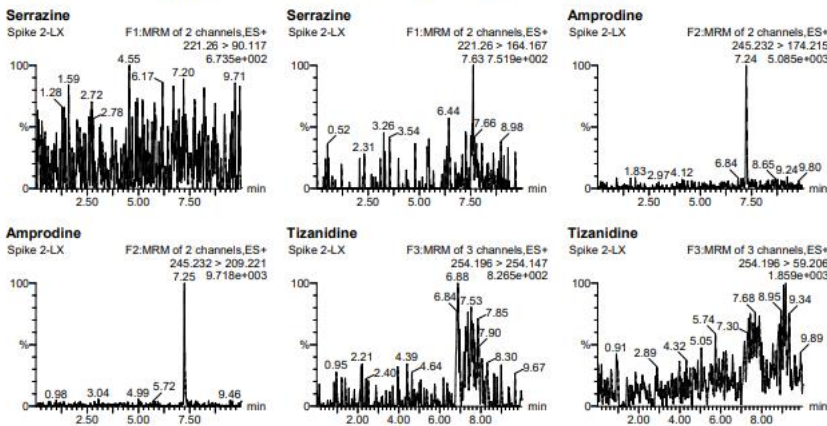


声明: 除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。
 Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾 (中山) 科技园·紫荆园 10 号楼
 Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号
 Add: 江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼
 Tel: 400-810-6969

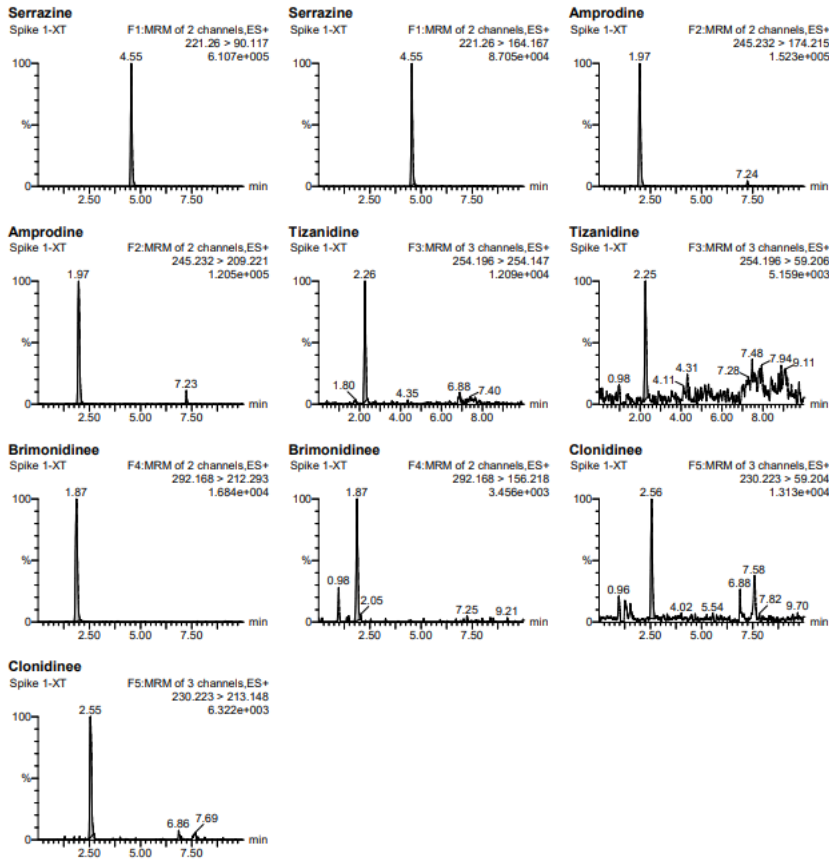
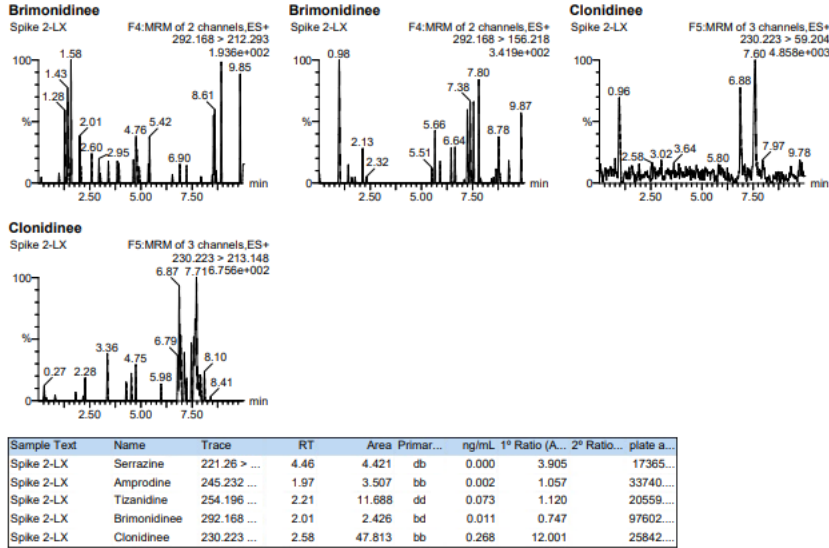


Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1 ^o Ratio (A...	2 ^o Ratio...	plate a...
Spike 1-LX	Serrazine	221.26 > ...	4.54	40.322	bb	0.004	62.129		11896...
Spike 1-LX	Amprodine	245.232 ...	2.01	15.474	bd	0.007	13.841		27027...
Spike 1-LX	Tizanidine	254.196 ...	2.22	3.471	bb	0.022	0.211		87425...
Spike 1-LX	Brimonidine	292.168 ...							
Spike 1-LX	Clonidine	230.223 ...	2.54	35.958	bd	0.202			23061...

Name: 20231201045, Date: 08-Dec-2023, Time: 19:27:06, Description: Spike 2-LX, Conditions:



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



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

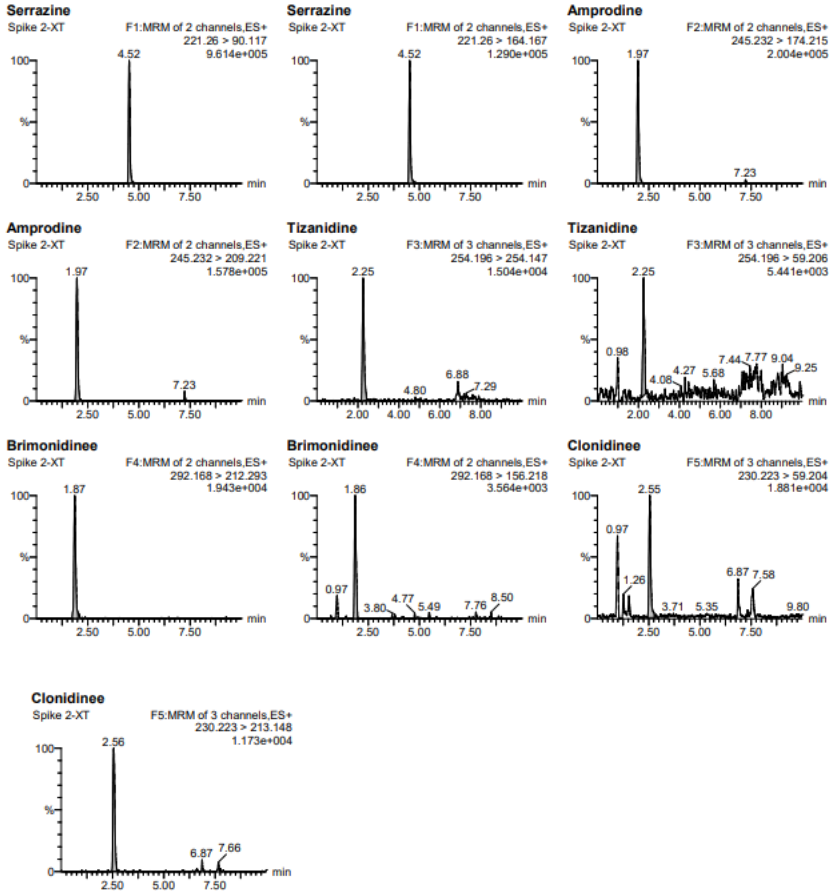
Add: 江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel: 400-810-6969



Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1 ^o Ratio (A...	2 ^o Ratio...	plate a...
Spike 1-XT	Serrazine	221.26 > ...	4.55	46881.469	bb	4.740	7.639	22266...	
Spike 1-XT	Amprodine	245.232 ...	1.97	13028.119	bb	5.903	1.266	3646.95	
Spike 1-XT	Tizanidine	254.196 ...	2.26	921.509	bb	5.743	2.226	7565.19	
Spike 1-XT	Brimonidinee	292.168 ...	1.87	1703.044	bb	7.381	5.771	1846.28	
Spike 1-XT	Clonidinee	230.223 ...	2.56	1068.453	bb	5.995	1.834	8475.90	

Name: 20231201039, Date: 08-Dec-2023, Time: 18:22:15, Description: Spike 2-XT, Conditions:

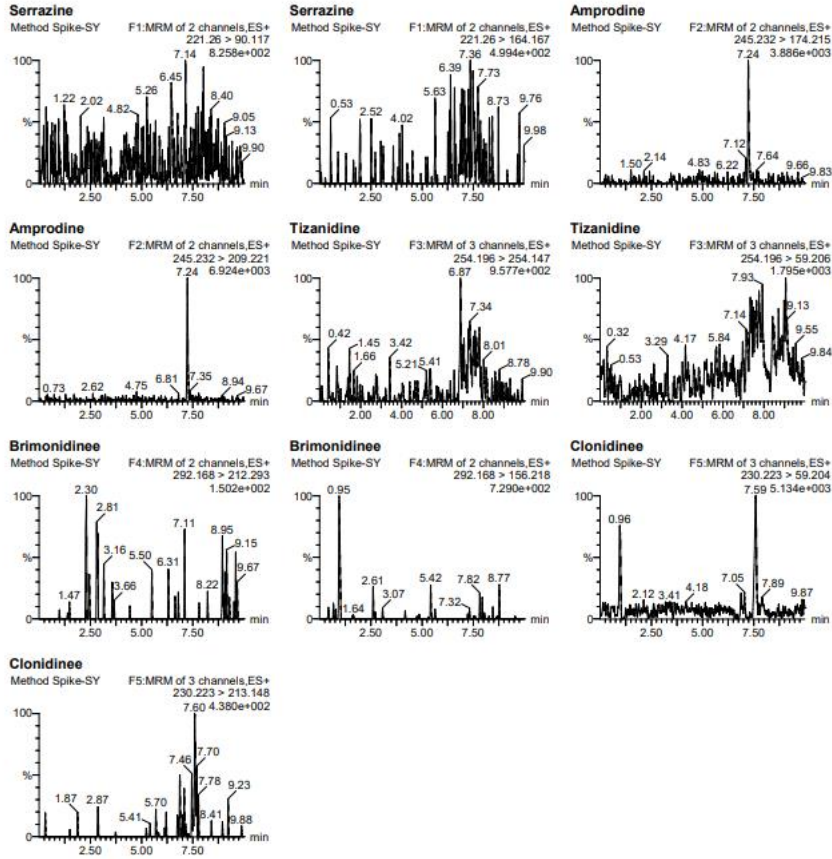


Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1 ^o Ratio (A...	2 ^o Ratio...	plate a...
Spike 2-XT	Serrazine	221.26 > ...	4.52	70210.781	bb	7.099	7.394	24676...	
Spike 2-XT	Amprodine	245.232 ...	1.97	16797.969	bb	7.612	1.278	3720.53	
Spike 2-XT	Tizanidine	254.196 ...	2.25	1394.473	bb	8.690	3.032	4137.19	
Spike 2-XT	Brimonidinee	292.168 ...	1.87	1840.643	bd	7.978	5.845	3247.79	
Spike 2-XT	Clonidinee	230.223 ...	2.55	1760.743	bb	9.879	1.555	5754.77	

(4) 方法加标(Method Spike)溶液溶液检测图谱（依次为上样、淋洗、洗脱样品）

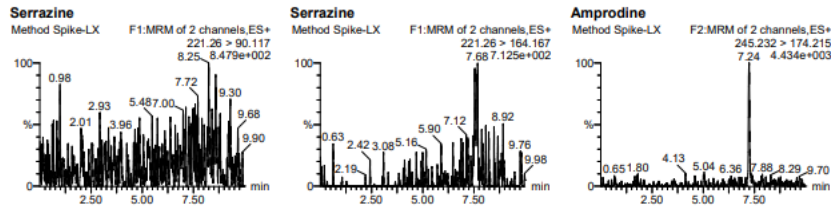


声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。
 Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼
 Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号
 Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼
 Tel:400-810-6969

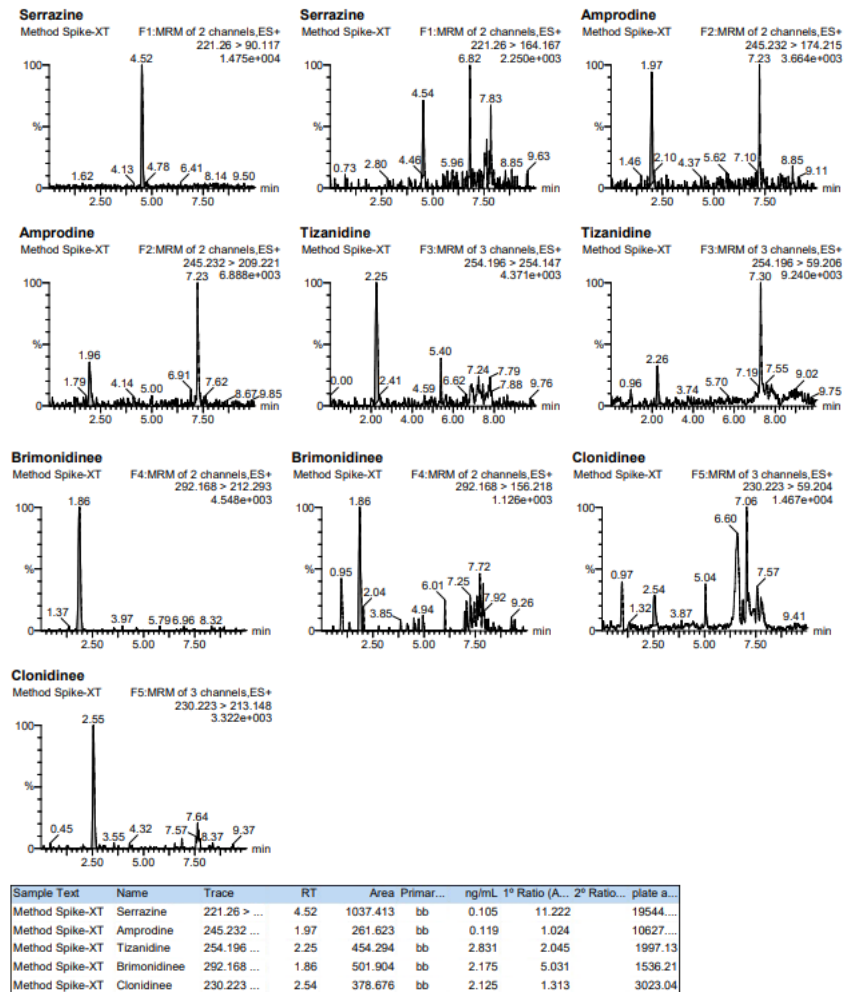
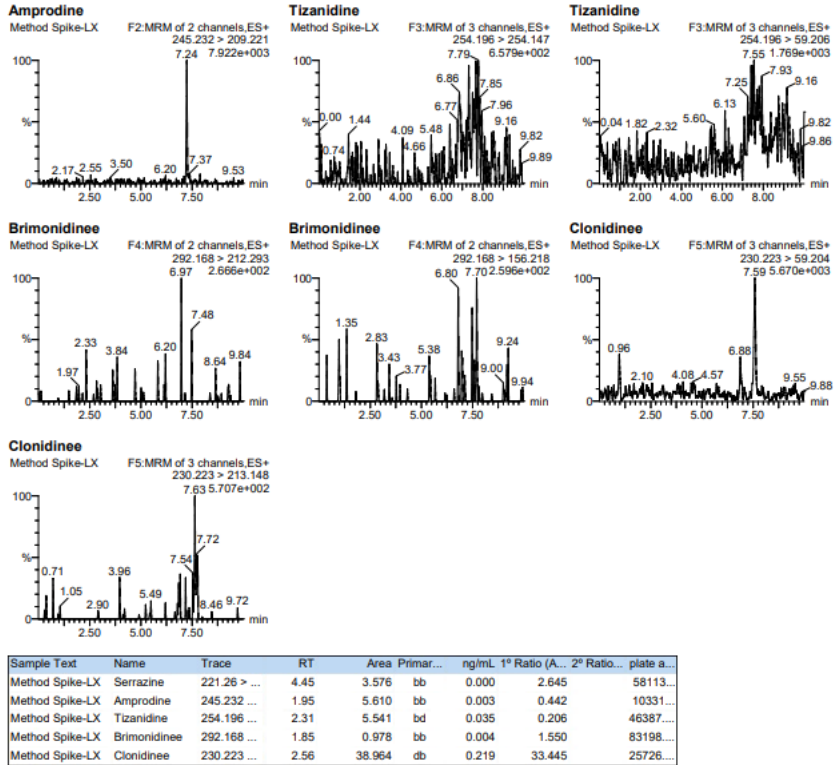


Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1 st Ratio (A...	2 nd Ratio...	plate a...
Method Spike-SY	Serrazine	221.26 > ...							
Method Spike-SY	Amproline	245.232 ...	1.89	9.575	bb	0.004	3.265		32274...
Method Spike-SY	Tizanidine	254.196 ...	2.39	2.183	bb	0.014	0.125		13809...

Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1 st Ratio (A...	2 nd Ratio...	plate a...
Method Spike-SY	Clonidinee	230.223 ...	2.61	26.527	bd	0.149	7.830		25945...

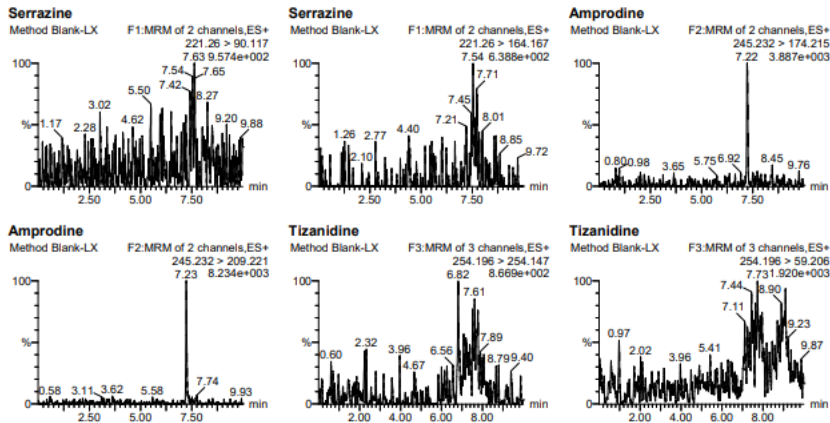
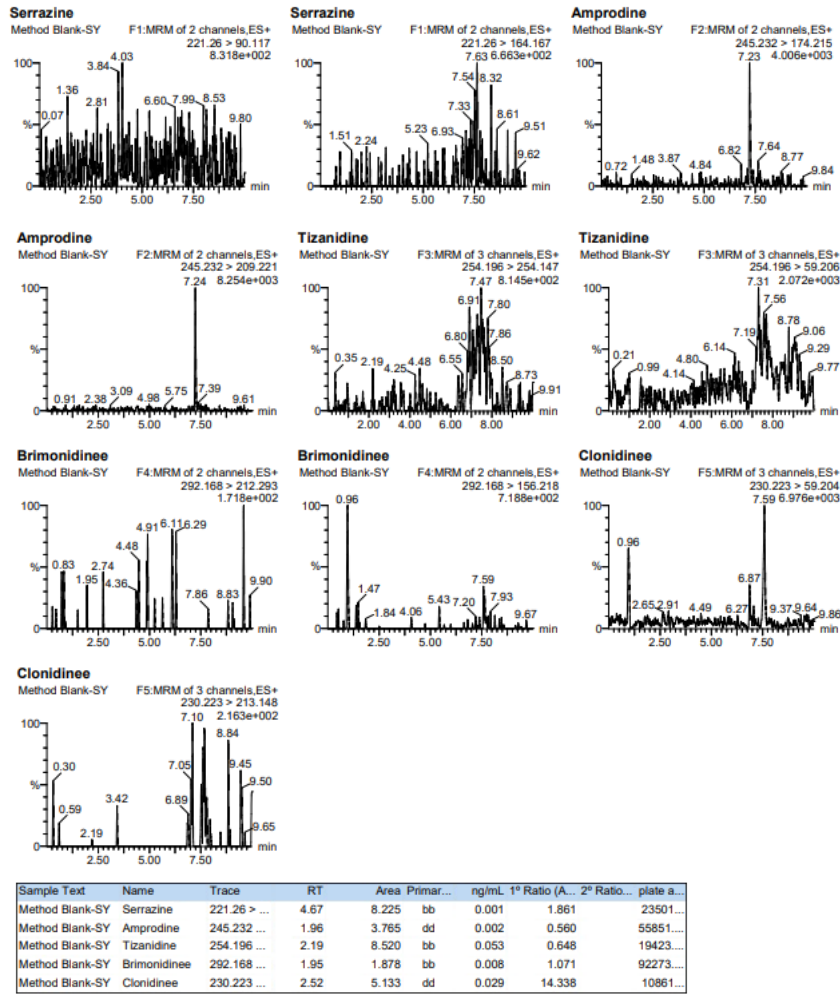


声明: 除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。
 Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾 (中山) 科技园, 紫荆园 10 号楼
 Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号
 Add: 江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼
 Tel: 400-810-6969

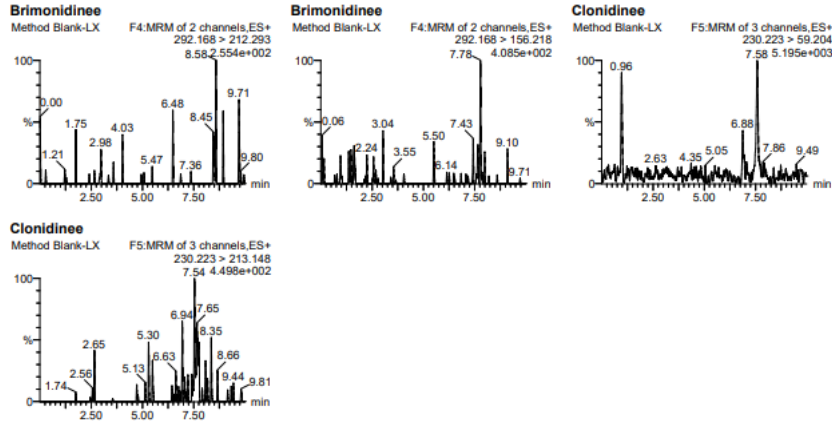


声明: 除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。
 Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾 (中山) 科技园·紫荆园 10 号楼
 Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号
 Add: 江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼
 Tel: 400-810-6969

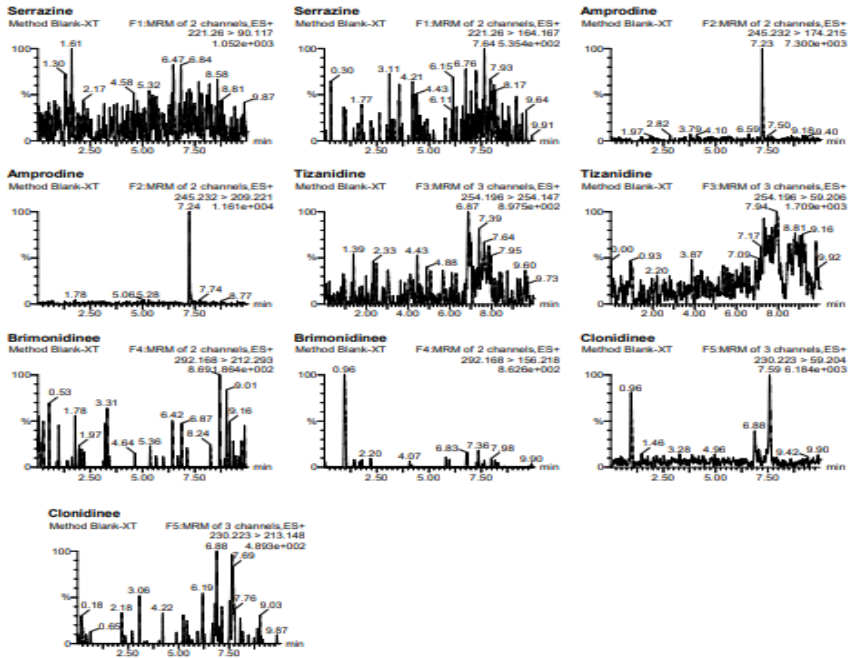
(5) 方法空白(Method Blank)溶液检测图谱（依次为上样、淋洗、洗脱样品）



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



Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1 ^o Ratio (A...	2 ^o Ratio...	plate a...
Method Blank-LX	Serrazine	221.26 > ...	4.56	4.851	bb	0.000	8.153		13669...
Method Blank-LX	Amprodine	245.232 ...	2.24	23.549	dd	0.147	0.772		30344...
Method Blank-LX	Brimonidine	292.168 ...	1.75	3.558	bb	0.015	0.729		74228...
Method Blank-LX	Clonidine	230.223 ...	2.63	18.395	bb	0.103	2.913		88268...

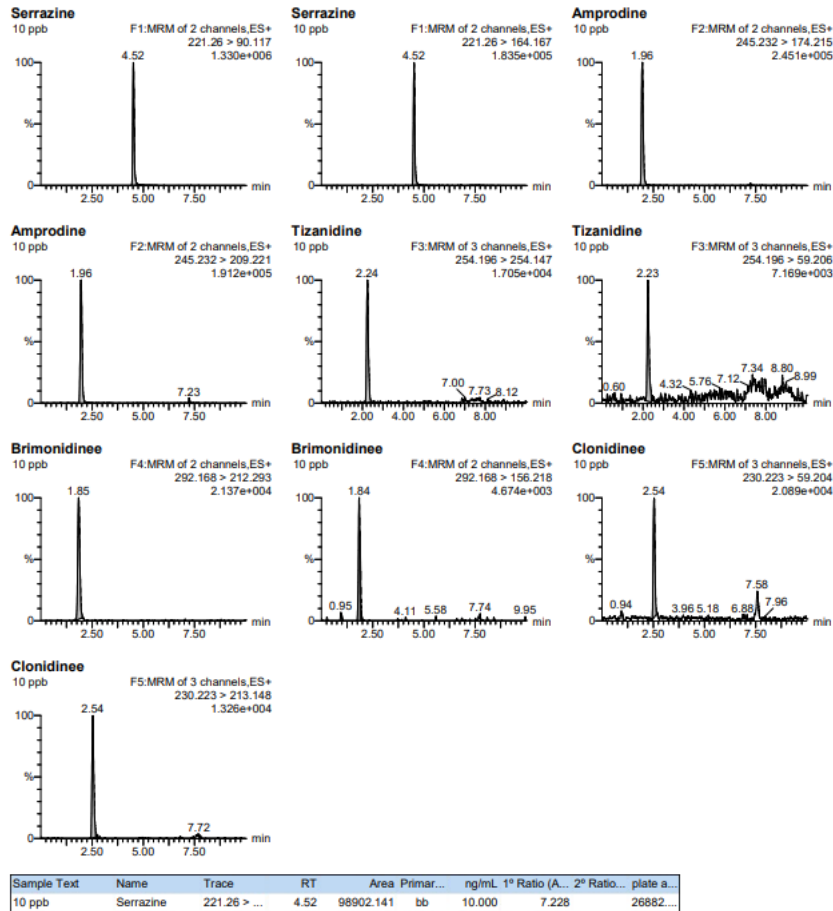


Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1 ^o Ratio (A...	2 ^o Ratio...	plate a...
Method Blank-XT	Serrazine	221.26 > ...	4.58	13.142	bb	0.001	3.716		18785...
Method Blank-XT	Amprodine	245.232 ...	1.97	6.031	bb	0.003	0.488		55481...
Method Blank-XT	Tizanidine	254.196 ...	2.26	4.404	bd	0.027	0.412		16929...
Method Blank-XT	Brimonidine	292.168 ...	1.97	1.370	bb	0.006	0.622		65205...
Method Blank-XT	Clonidine	230.223 ...							

(6) 10 ng/mL 混合标准上机溶液



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



Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1° Ratio (A...	2° Ratio...	plate a...
10 ppb	Amprodine	245.232 ...	1.96	22068.941	bb	10.000	1.248	2486.75	
10 ppb	Tizanidine	254.196 ...	2.24	1604.683	bb	10.000	2.338	3751.85	
10 ppb	Brimonidinee	292.168 ...	1.85	2307.183	bb	10.000	7.136	1729.24	
10 ppb	Clonidine	230.223 ...	2.54	1782.383	bb	10.000	1.408	5239.14	

1.3.6.3 结果与分析

使用研发提供 Welchrom[®] P-SCX , 60 mg/3 mL 小柱，以 10 ng/mL 混合标准溶液计基质加标样品盐酸替扎尼定回收率为：57.4 %、86.9 %，盐酸噻拉嗪回收率为：47.4 %、70.1%，溴莫尼定回收率为：73.8 %、79.8 %，安普乐定回收率为：59.0%、76.1 %，可乐定回收率为：60.0 %、98.8 %；以 10 ng/mL 混合标准溶液计基质后加标样品盐酸替扎尼定回收率为：109.0 %，盐酸噻拉嗪回收率为：115.3%，溴莫尼定回收率为：118.7 %，安普乐定回收率为：105.0 %，可乐定回收率为：123.5 %；以 10 ng/mL 混合标准溶液计方法加标样品盐酸替扎尼定回收率为：28.3 %，盐酸噻拉嗪回收率为：1.1%，溴莫尼定回收率为：21.8 %，安普乐定回收率为：1.2%，可乐定回收率为：21.3 %；

1.3.7 样品溶液配制：（柱加标验证）

将混合加标溶液加入甲酸-乙腈溶液，使得最后上机浓度为 10 ng/mL，为备用液。

Welchrom[®] P-SCX , 60 mg/3 mL：（研发提供小柱）



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

活化：3 mL 甲醇、3 mL 水；

上样：4 mL 备用液，收集；

淋洗：3 mL 水、3 mL 甲醇，抽至近干，收集；

洗脱：6 mL 5%氨水甲醇溶液洗脱，收集全部洗脱液；

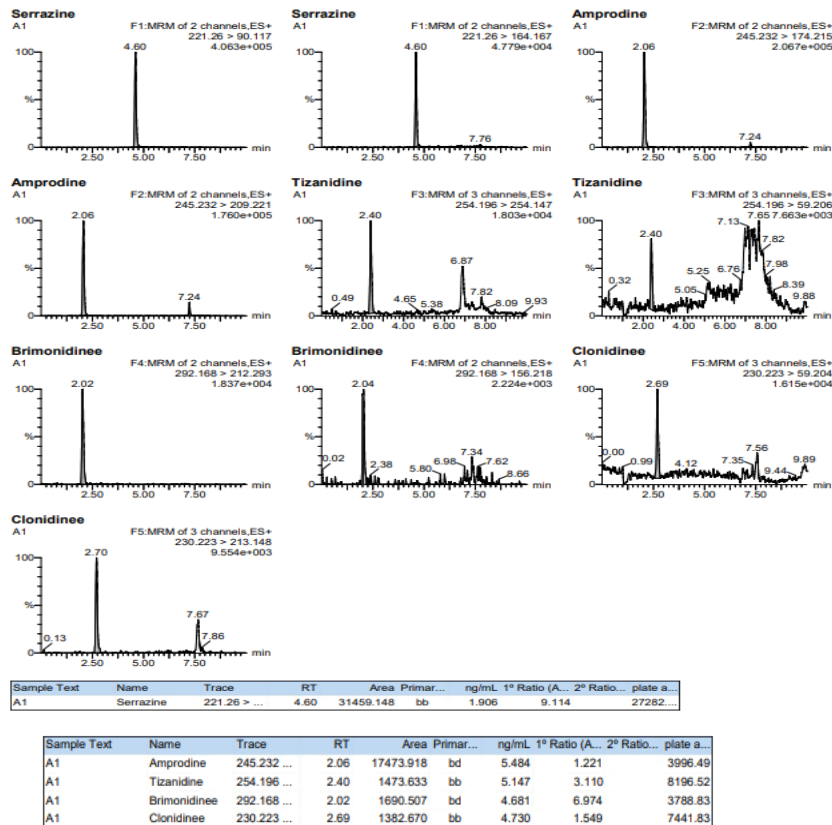
将收集液于 60 °C 水浴下氮吹干，用甲酸-乙腈溶液 1 mL 复溶，混匀过 0.22 μm 尼龙滤膜，待测。

1.3.7.1 样品量

A1、A2、A3、A4、A5、A6、10 ng/mL 混合标准上机溶液

1.3.7.2 谱图和数据

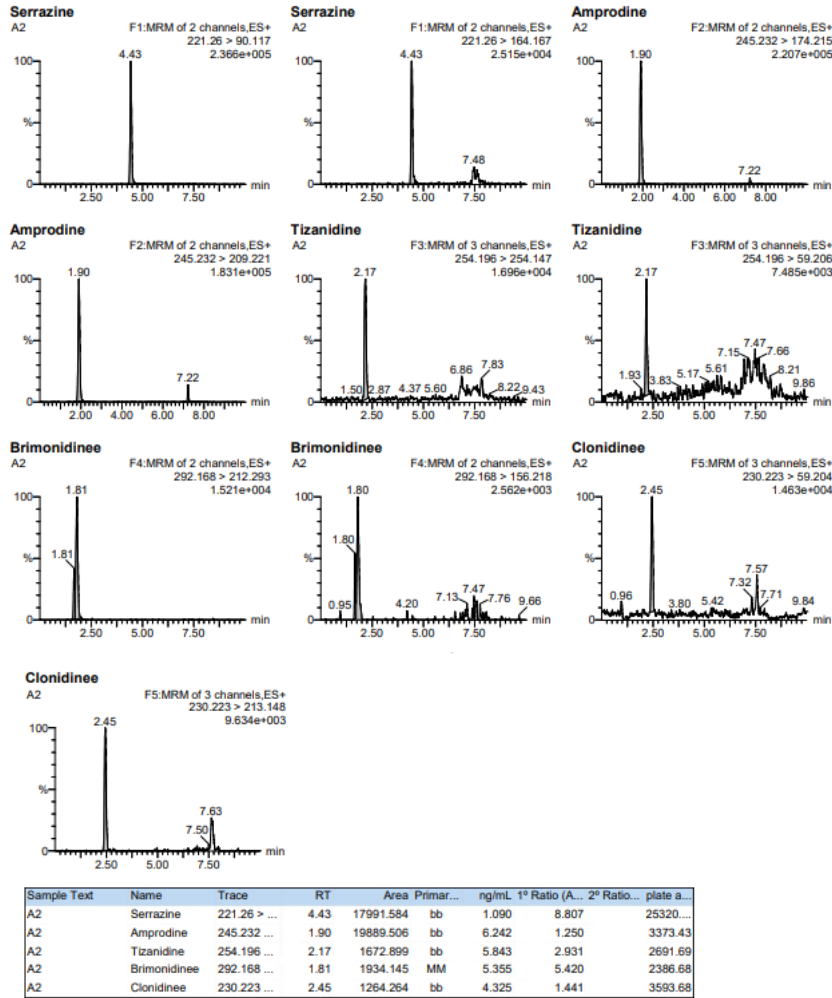
(1) 平行测试样品 A1:



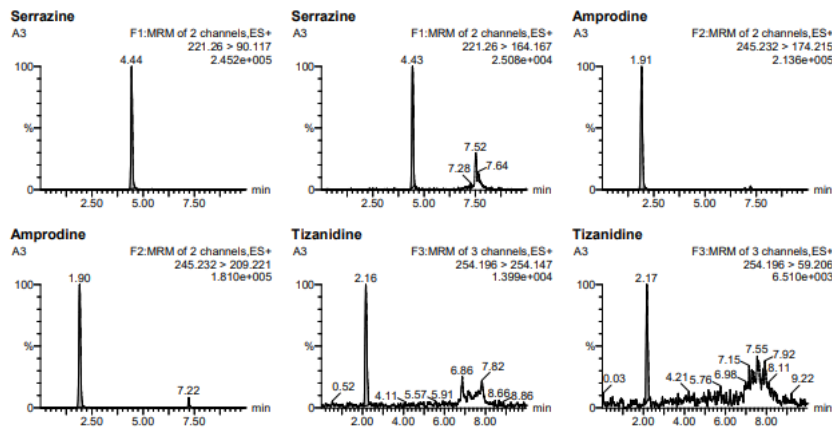
(2) 平行测试样品 A2:



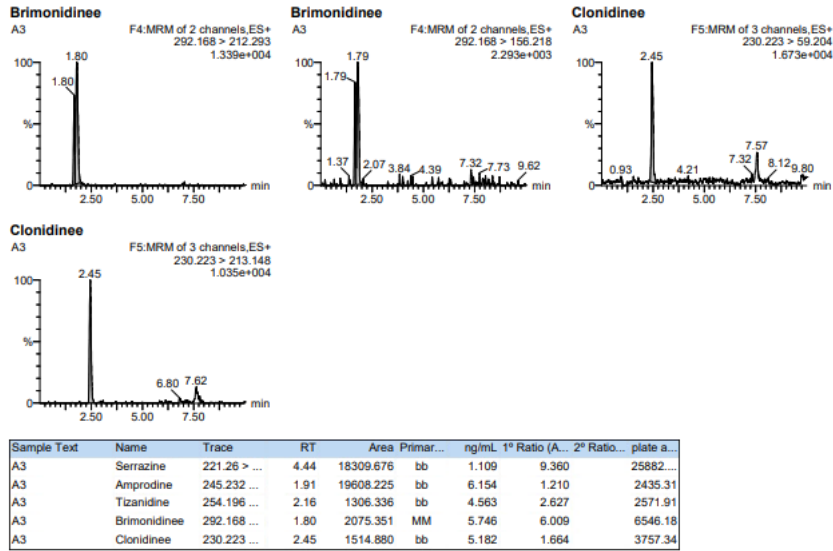
声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。
 Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼
 Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号
 Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼
 Tel:400-810-6969



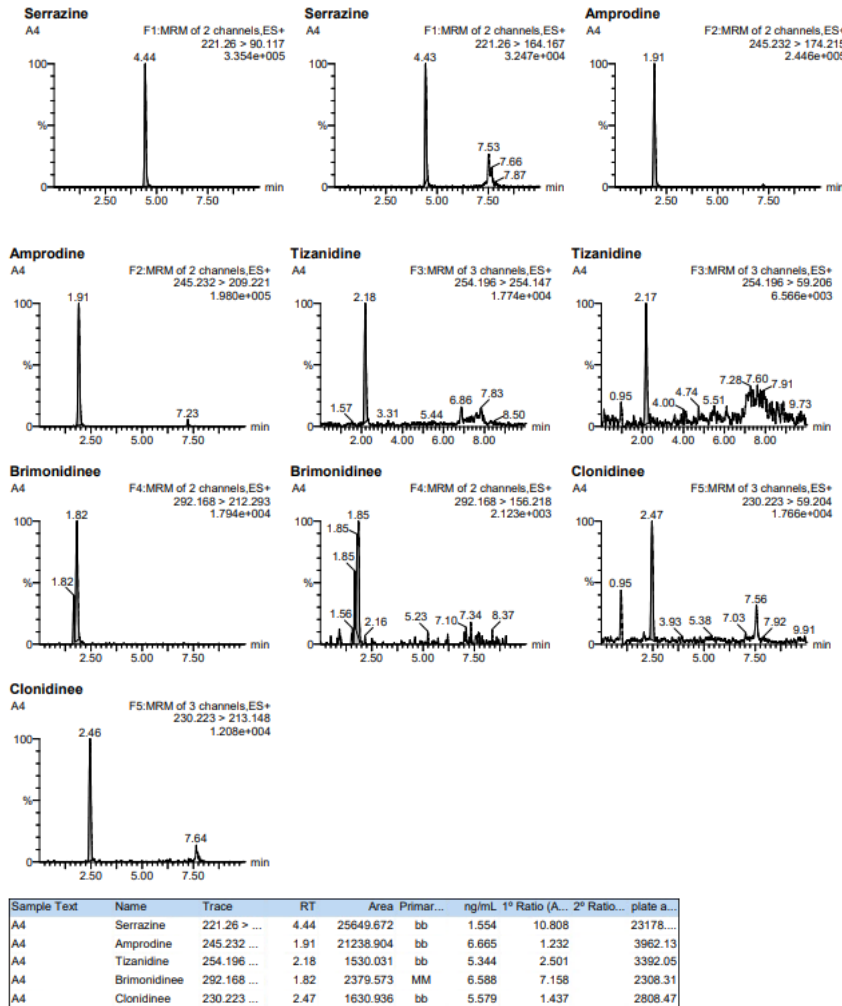
(3) 平行测试样品 A3:



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



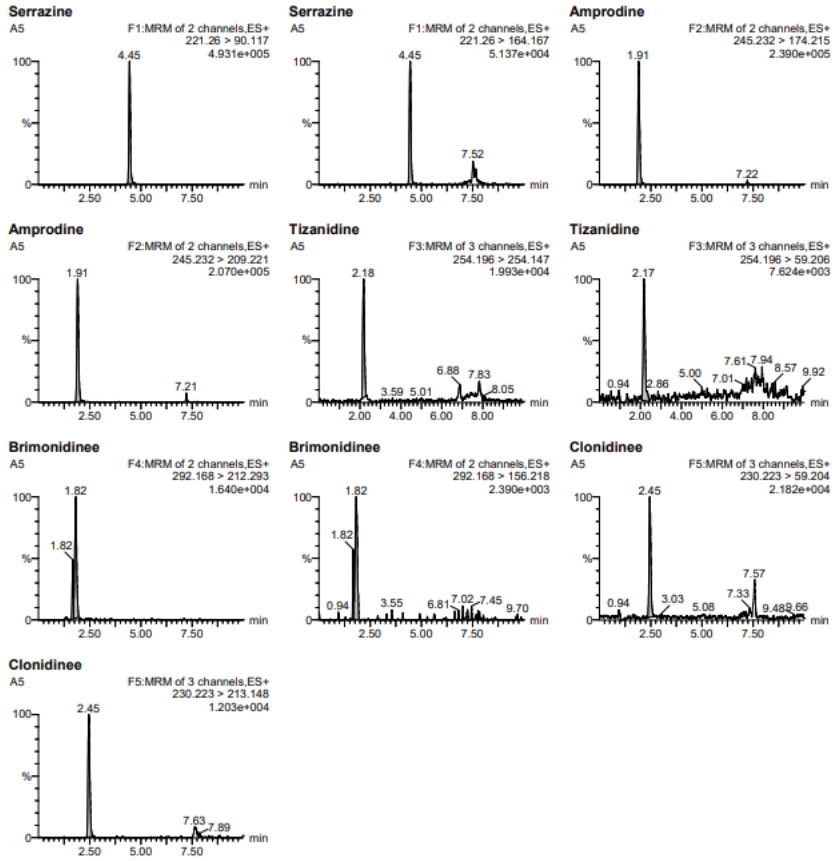
(4) 平行测试样品 A4:



(5) 平行测试样品 A5:

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



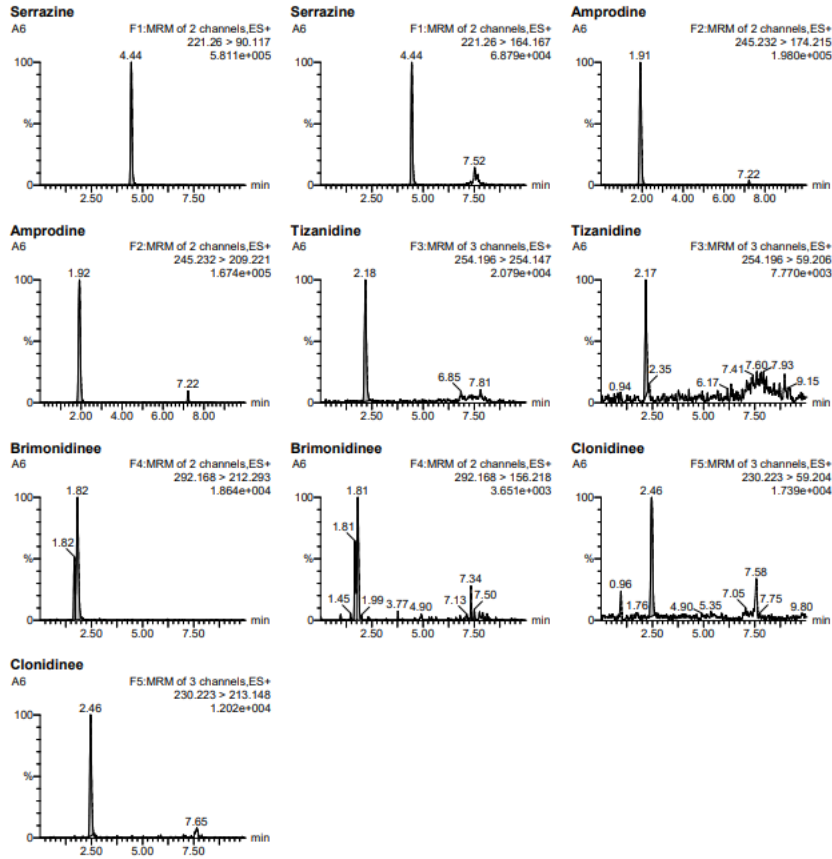


Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1 ^o Ratio (A...	2 ^o Ratio...	plate a...
A5	Serrazine	221.26 > ...	4.45	37814.805	bb	2.291	8.833		22381...
A5	Amprodine	245.232 ...	1.91	21328.811	bb	6.694	1.182		3112.61
A5	Tizanidine	254.196 ...	2.18	1715.471	bb	5.992	2.161		3366.16
A5	Brimonidinee	292.168 ...	1.82	2078.181	MM	5.754	5.950		5727.12

Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1 ^o Ratio (A...	2 ^o Ratio...	plate a...
A5	Clonidinee	230.223 ...	2.45	1960.648	bb	6.707	1.659		5325.30

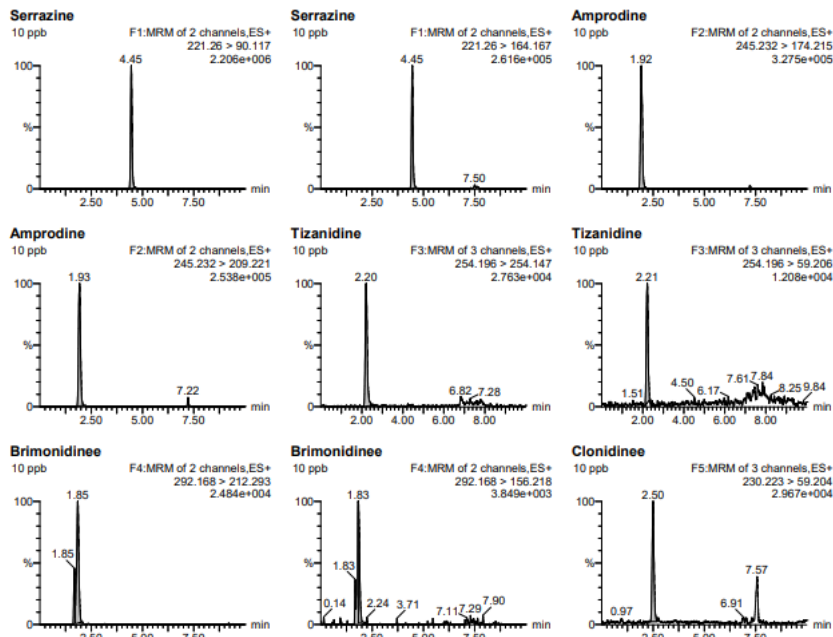
(6) 平行测试样品 A6:



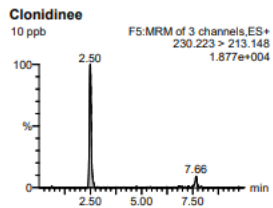


Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1 st Ratio (A...	2 nd Ratio...	plate a...
A6	Serrazine	221.26 > ...	4.44	46461.762	bb	2.814	8.561	21497...	
A6	Ampropridine	245.232 ...	1.91	19221.438	bb	6.032	1.185	2627.30	
A6	Tizanidine	254.196 ...	2.18	2072.605	bb	7.240	3.367	3874.51	
A6	Brimonidine	292.168 ...	1.82	2607.707	MM	7.220	5.619	5970.01	
A6	Clonidine	230.223 ...	2.46	1735.304	bb	5.936	1.579	3639.65	

(7) 10 ng/mL 混合标准上机溶液:



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



Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/mL	1 ^o Ratio (A...	2 ^o Ratio...	plate a...
10 ppb	Serrazine	221.26 > ...	4.45	165088.141	bb	10.000	8.469	30446...	
10 ppb	Amprodine	245.232 ...	1.92	31864.494	bb	10.000	1.242	2531.29	
10 ppb	Tizanidine	254.196 ...	2.20	2862.858	bb	10.000	2.666	3356.22	
10 ppb	Brimonidinee	292.168 ...	1.85	3611.752	MM	10.000	6.642	5919.51	
10 ppb	Clonidinee	230.223 ...	2.50	2923.233	bd	10.000	1.543	4614.35	

1.3.7.3 结果与分析

使用研发提供批次 Welchrom® P-SCX , 60 mg/3 mL 小柱以 10 ng/mL 混合标准溶液计柱加标, 盐酸替扎尼定回收率为: 51.5 %、58.4 %、45.6 %、53.4 %、59.9 %、72.4%, 盐酸噻拉嗪回收率为: 19.9 %、10.9%、11.1 %、15.5 %、22.9 %、28.1 %, 溴莫尼定回收率为: 46.8 %、53.6 %、57.5 %、65.9 %、57.5 %、72.2 %, 安普乐定回收率为: 54.8 %、62.4 %、61.5 %、66.6 %、66.9 %、60.3 %, 可乐定回收率为: 47.3 %、43.3 %、51.8 %、55.8 %、67.1 %、59.4 %;

回收率不符合要求且存在样品不平行现象。

1.3.8 样品溶液配制: (柱加标验证)

将混合加标溶液加入甲酸-乙腈溶液, 使得最后上机浓度为 10 ng/mL, 为备用液。

Welchrom® P-SCX , 60 mg/3 mL: (实验室领用)

活化: 3 mL 甲醇、3 mL 水;

上样: 4 mL 备用液, 收集;

淋洗: 3 mL 水、3 mL 甲醇, 抽至近干, 收集;

洗脱: 6 mL 5%氨水甲醇溶液洗脱, 收集全部洗脱液;

将收集液于 60 °C 水浴下氮吹干, 用甲酸-乙腈溶液 1 mL 复溶, 混匀过 0.22 μm 尼龙滤膜, 待测。

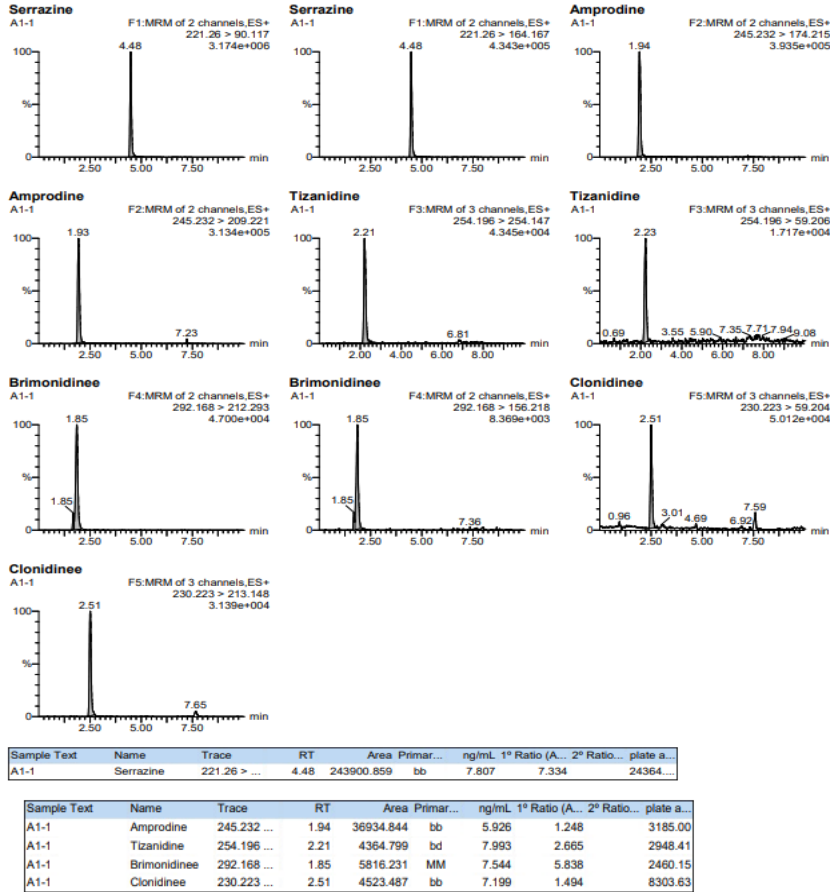
1.3.8.1 样品量

A1、A2、A3、A4、10 ng/mL 混合标准上机溶液

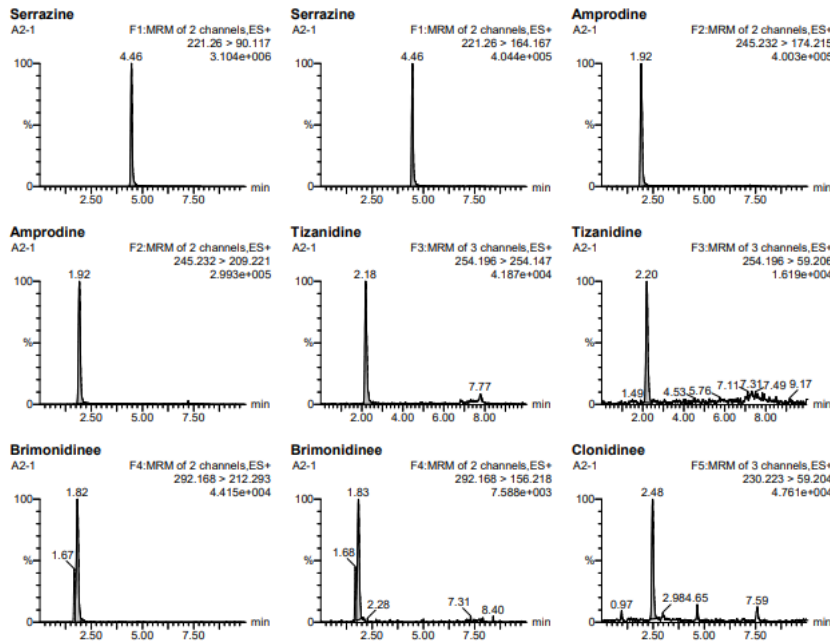
1.3.8.2 谱图和数据

(1) 平行测试样品 A1:



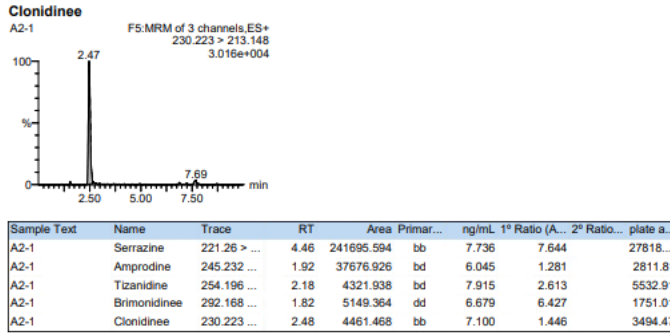


(2) 平行测试样品 A2:

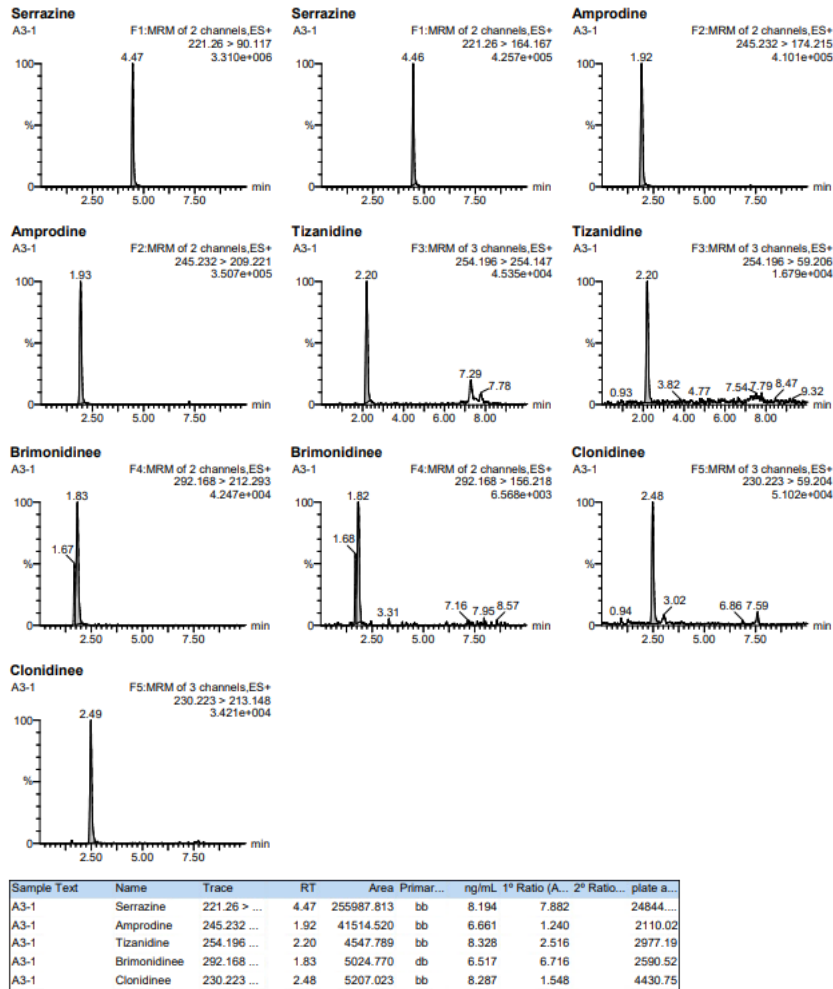


声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。
 Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼
 Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号
 Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼
 Tel:400-810-6969

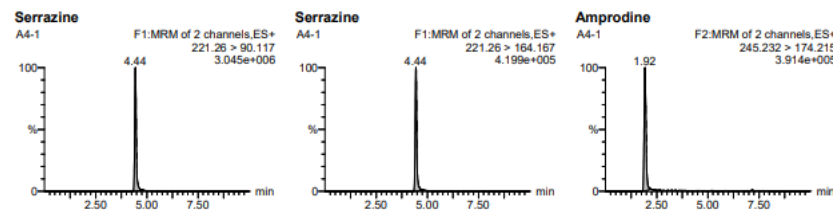




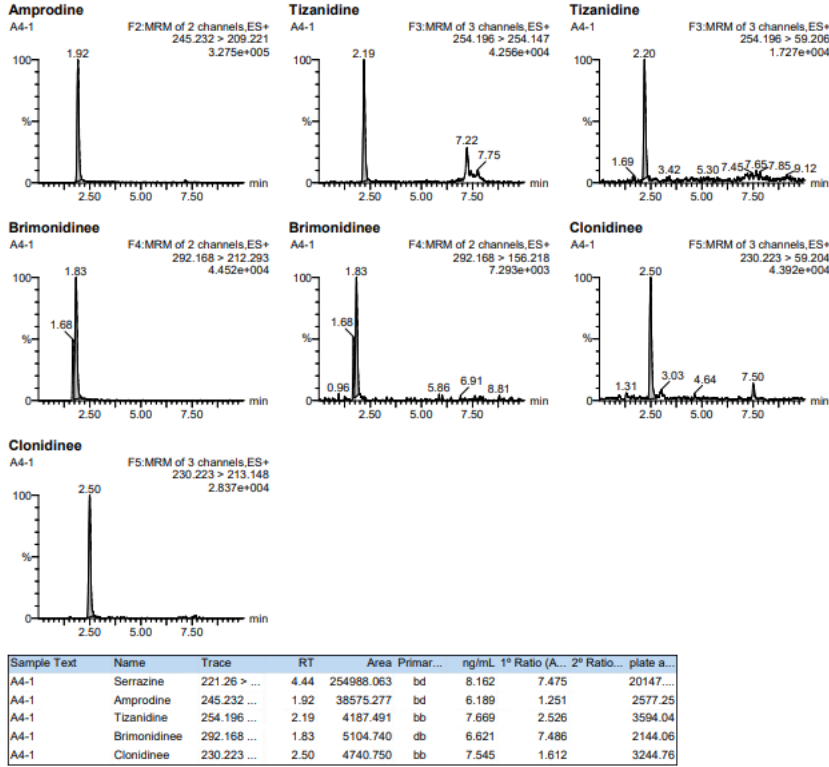
(3) 平行测试样品 A3:



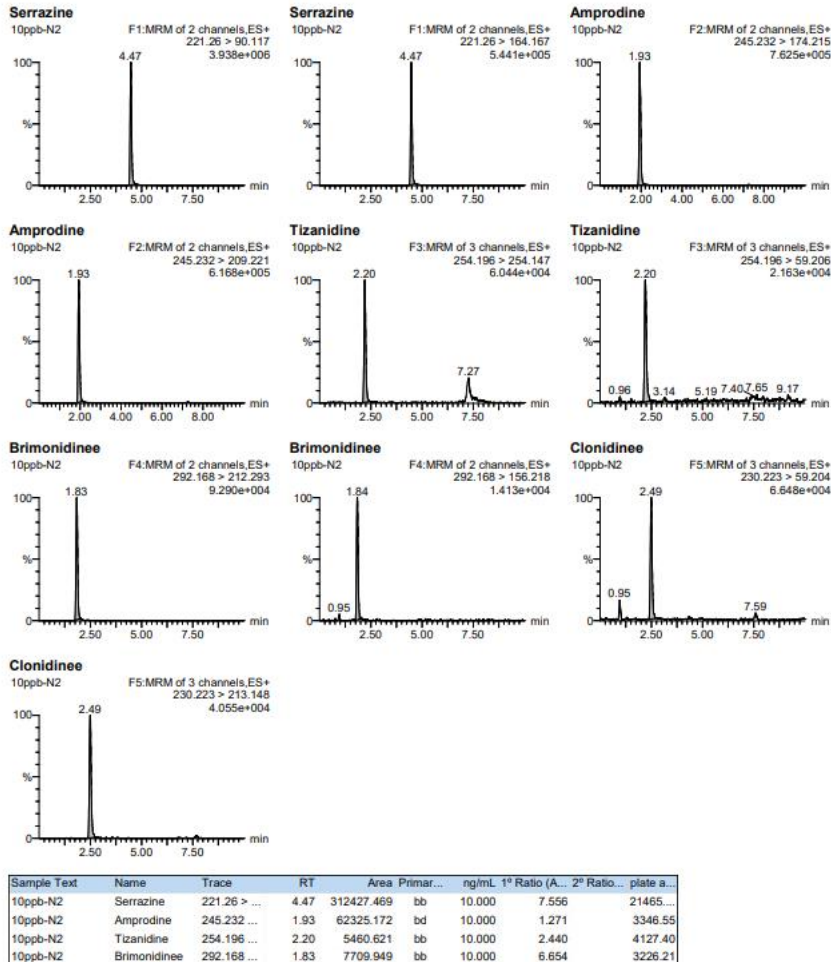
(4) 平行测试样品 A4:



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



(5) 10 ng/mL 混合标准上机溶液:



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



Sample Text	Name	Trace	RT	Area Primar...	ng/mL	1 ^o Ratio (A...	2 ^o Ratio...	plate a...
10ppb-N2	Clonidine	230.223...	2.49	6283.432	bb	10.000	1.588	4905.41

1.3.8.3 结果与分析

使用实验室领用 Welchrom® P-SCX , 60 mg/3 mL 小柱使用研发提供 Welchrom® P-SCX , 60 mg/3 mL 小柱, 以 10 ng/mL 混合标准溶液计柱加标样品盐酸替扎尼定回收率为: 80.0 %、79.2 %、83.3 %、76.7 %, 盐酸噻拉嗪回收率为: 78.1 %、77.4 %、81.9 %、81.6 %, 溴莫尼定回收率为: 75.4 %、66.8 %、65.2 %、66.2 %, 安普乐定回收率为: 59.3 %、60.5 %、66.6 %、61.9 %, 可乐定回收率为: 72.0 %、71.0 %、82.9 %、75.5%;

回收率普遍高于研发提供小柱, 且样品平行性较好。

2. 结论

2.1 加标回收实验:

使用实验室领用 Welchrom® P-SCX , 60 mg/3 mL 小柱, 替扎尼定、噻拉嗪、溴莫尼定、安普乐定、可乐定回收率分别为 73.4%、76.2%、89.9%、21.4%、84.1%, 其中安普乐定回收率偏低。

使用研发提供 Welchrom® P-SCX , 60 mg/3 mL 小柱, 以 10 ng/mL 混合标准溶液计样品加标回收, 盐酸替扎尼定回收率为: 57.4 %、86.9 %, 盐酸噻拉嗪回收率为: 47.4 %、70.1%, 溴莫尼定回收率为: 73.8 %、79.8 %, 安普乐定回收率为: 59.0%、76.1 %, 可乐定回收率为: 60.0 %、98.8 %; 以 10 ng/mL 混合标准溶液计基质曲线盐酸替扎尼定回收率为: 109.0 %, 盐酸噻拉嗪回收率为: 115.3%, 溴莫尼定回收率为: 118.7 %, 安普乐定回收率为: 105.0 %, 可乐定回收率为: 123.5 %; 以 10 ng/mL 混合标准溶液计标过柱盐酸替扎尼定回收率为: 28.3 %, 盐酸噻拉嗪回收率为: 1.1%, 溴莫尼定回收率为: 21.8 %, 安普乐定回收率为: 1.2%, 可乐定回收率为: 21.3 %; 由此结果表明, 样品回收率低是由于 SPE 柱原因, 并非基质效应。

2.2 平行性验证实验中:

使用研发提供批次 Welchrom® P-SCX , 60 mg/3 mL 小柱使用研发提供 Welchrom® P-SCX , 60 mg/3 mL 小柱, 以 10 ng/mL 混合标准溶液计柱加标样品盐酸替扎尼定回收率为: 51.5 %、58.4 %、45.6 %、53.4 %、59.9 %、72.4%, 盐酸噻拉嗪回收率为: 19.9 %、10.9%、11.1 %、15.5 %、22.9 %、28.1 %, 溴莫尼定回收率为: 46.8 %、53.6 %、57.5 %、65.9 %、57.5 %、72.2 %, 安普乐定回收率为: 54.8 %、62.4 %、61.5 %、66.6 %、66.9 %、60.3 %, 可乐定回收率为: 47.3 %、43.3 %、51.8 %、55.8 %、67.1 %、59.4 %; 回收率不符合要求且存在样品不平行现象。

使用实验室领用 Welchrom® P-SCX , 60 mg/3 mL 小柱, 以 10 ng/mL 混合标准溶液计柱加标样品盐酸替扎尼定回收率为: 80.0 %、79.2 %、83.3 %、76.7 %, 盐酸噻拉嗪回收率为: 78.1 %、77.4 %、81.9 %、81.6 %, 溴莫尼定回收率为: 75.4 %、66.8 %、65.2 %、66.2 %, 安普乐定回收率为: 59.3 %、60.5 %、66.6 %、61.9 %, 可乐定回收率为: 72.0 %、71.0 %、82.9 %、75.5%; 回收率普遍高于研发提供小柱, 且样品平行性较好。



报告人:Chilli

审核人:Tim

日期: 2023/12/15

Welch
月旭科技

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 33 页 共 33

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500

