

测试报告

样品信息			
样品名称	氨基酸多肽	编号	W20210312-003
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2021/03/12	测试期间	2021/03/18-03/22
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	含量		
参考标准			
参考标准	客户提供	标样	无
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱仪	仪器型号	赛默飞 U3000

● 色谱条件：

色谱柱：	月旭 Ultimate® Phenyl-Ether (4.6×250mm, 5μm)		
流动相：	流动相 A: 0.1%三氟乙酸水溶液 流动相 B: 0.1%三氟乙酸乙腈溶液		
	时间 (分钟)	0.1%三氟乙酸水 (%)	0.1%三氟乙酸乙腈 (%)
	0	90	10
	30	70	30
	40	60	40
	50	30	70
	51	90	10
60	90	10	
检测波长：	225nm		
柱温：	30℃		
流速：	1.0ml/min		
进样量：	10μL		
注意事项：	/		



● 流动相配置:

流动相 A: 移取三氟乙酸 1.0ml, 于 1000ml 娃哈哈水中, 混合均匀, 超声脱气, 即得;

流动相 B: 移取三氟乙酸 1.0ml, 于 1000ml 色谱纯乙腈中, 混合均匀, 超声脱气, 即得。

● 样品溶液的配置:

样品溶液 (第一次寄的样品+补寄样品混合): 取客户提供的样品适量, 加 50%乙腈水溶解制成 0.5mg/ml 的溶液, 摇匀, 即得;

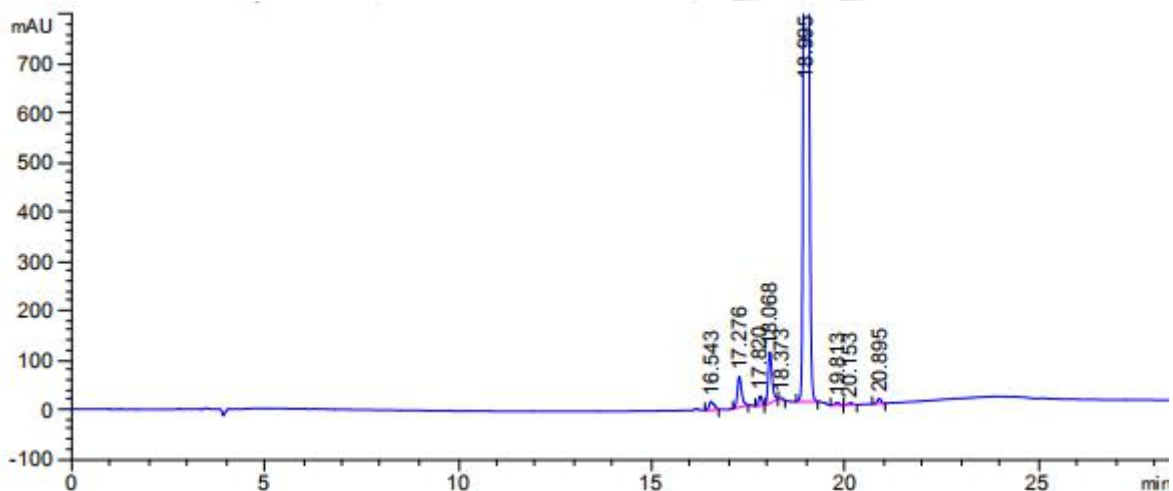
● 谱图和数据

1. 最佳色谱图分离效果

Phenyl-Ether (4.6×250mm, 5μm)

样品溶液 (第一次寄的样品+补寄样品混合)

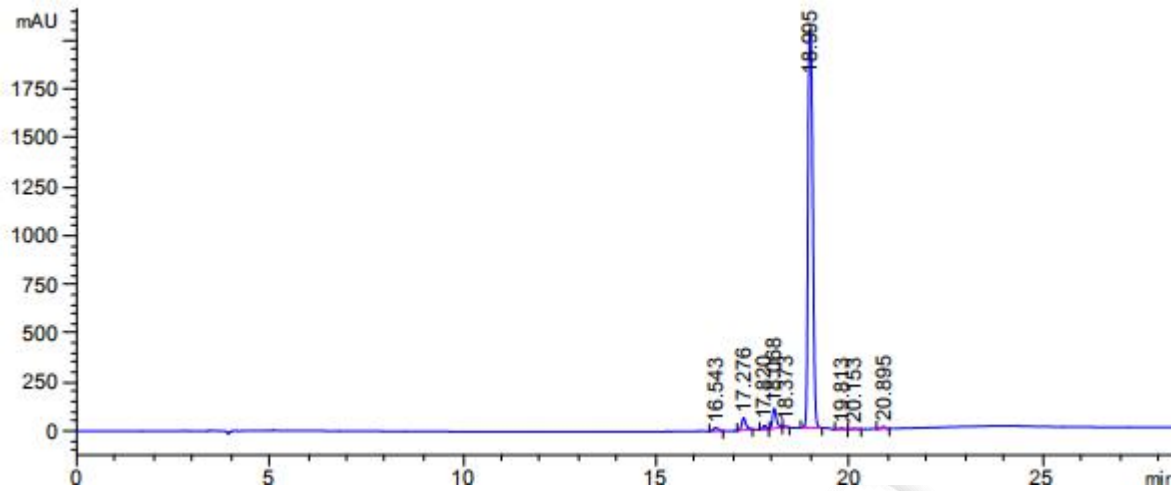
1.1 样品溶液-放大图



保留时间 [min]	k'	峰面积 [mAU*s]	峰高 [mAU]	对称 因子	峰宽 [min]	塔板数	分离度	选择性
16.543	-	162.97211	17.33185	0.06	0.1600	59226	-	-
17.276	-	477.34155	62.87115	0.78	0.1122	131302	3.16	1.04
17.820	-	118.05360	19.75167	0.06	0.0958	191554	3.07	1.03
18.068	-	735.66345	103.61926	0.78	0.1075	156534	1.43	1.01
18.373	-	22.10707	3.79263	0.00	0.1209	127772	1.57	1.02
18.995	-	1.72951e4	2041.78699	0.00	0.1366	107081	2.84	1.03
19.813	-	41.48693	5.36290	1.22	0.1217	146920	3.72	1.04
20.153	-	29.01971	3.87940	1.17	0.1133	175181	1.70	1.02
20.895	-	67.60300	10.36272	0.98	0.1022	231512	4.05	1.04



1.2 样品溶液-满量程图



2. 测试过程中的问题反馈与说明：

客户反馈样品溶液稳定，前后两次送的样品虽不完全一致，但杂质谱差异不大，与客户提供的图谱无较明显差异；但经测试，寄过来的待测样品配制成溶液后，溶液稳定性并不好，室温条件下放置不满 2 小时，杂质即有明显增长，且前后两次寄的样品之间差异较大，用客户提供的相同色谱条件及相同类型、规格的色谱柱测试，与客户提供的谱图均有较大差异。相关图谱如下：

色谱条件（客户提供）：

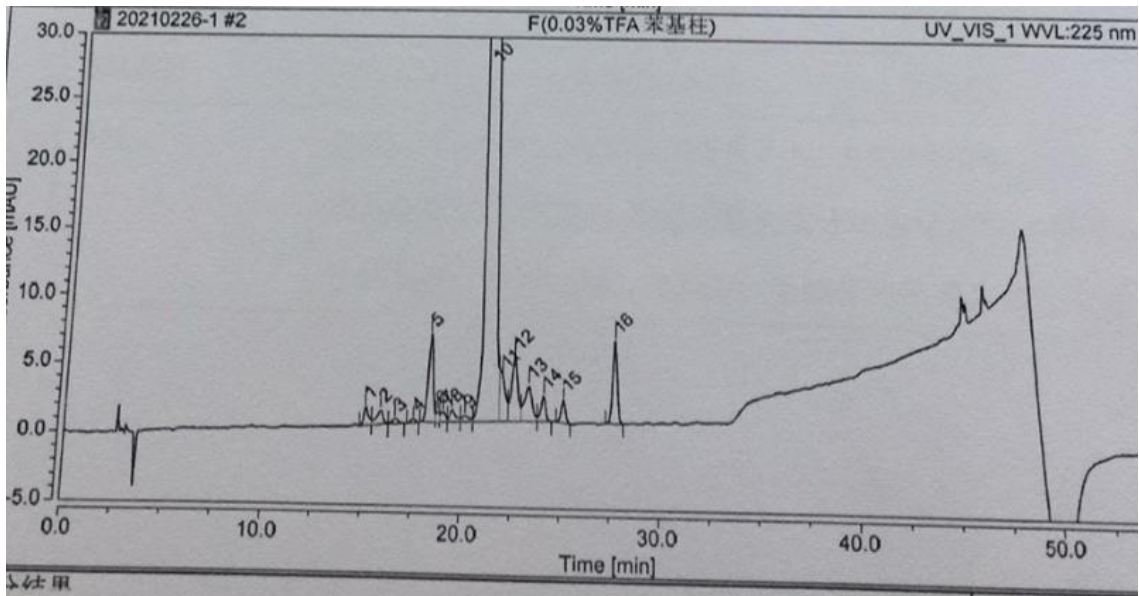
色谱柱：	月旭 Ultimate® XB-Phenyl (4.6×250mm, 5µm)		
流动相：	流动相 A: 0.03%三氟乙酸水溶液		
	流动相 B: 0.03%三氟乙酸乙腈溶液		
	时间（分钟）	0.03%三氟乙酸水（%）	0.03%三氟乙酸乙腈（%）
	0	80	20
	30	70	30
	45	30	70
检测波长：	225nm		
	柱温：	30℃	
流速：	1.0ml/min		
进样量：	10µL		



注意事项:

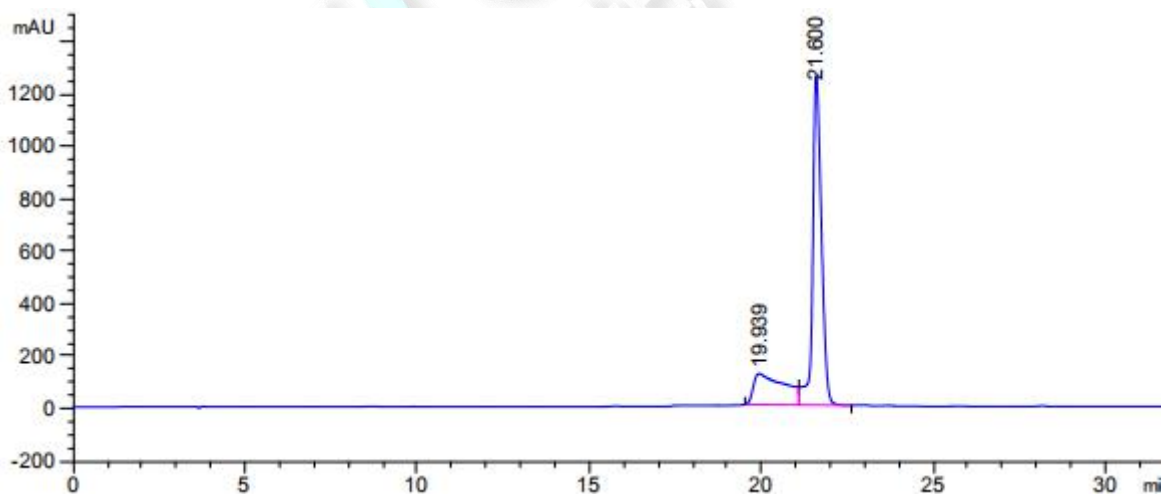
/

2.1 客户提供的该条件下的样品图



2.2 样品溶液（第一次寄的样品）

2.2.1 样品溶液（第一次寄的样品）-临用新制

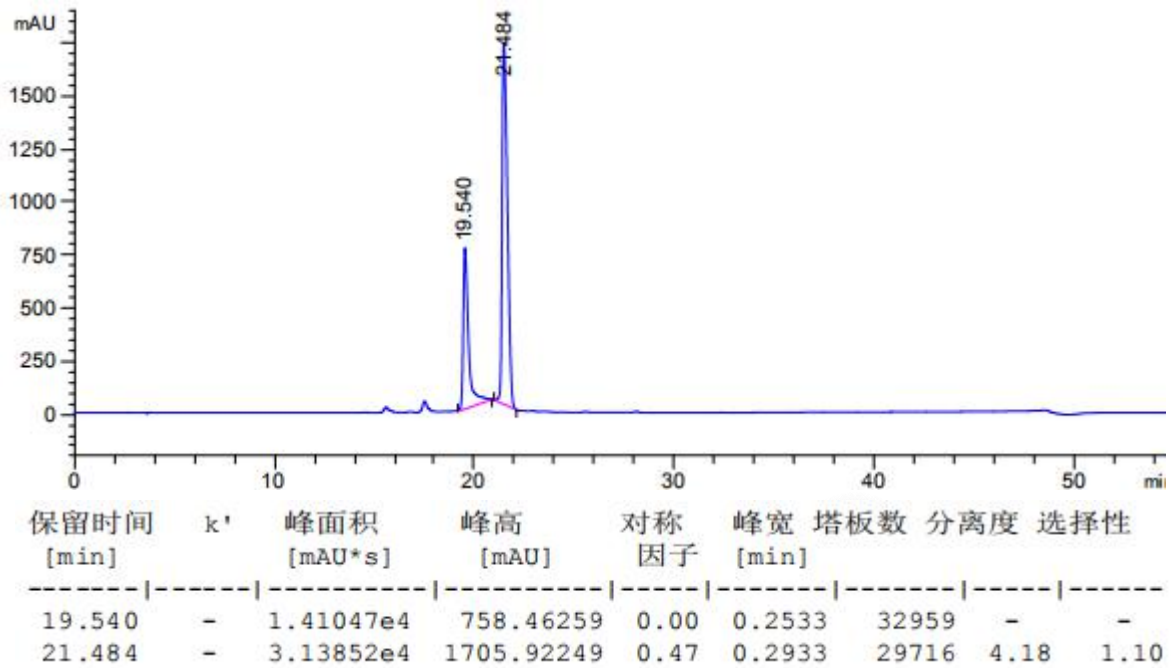


保留时间 [min]	k'	峰面积 [mAU*s]	峰高 [mAU]	对称 因子	峰宽 [min]	塔板数	分离度	选择性
19.939	-	7398.77490	118.38850	0.21	1.3402	1226	-	-
21.600	-	2.23808e4	1257.87561	0.70	0.2600	38236	1.22	1.08

杂质谱与客户提供的谱图差异较大

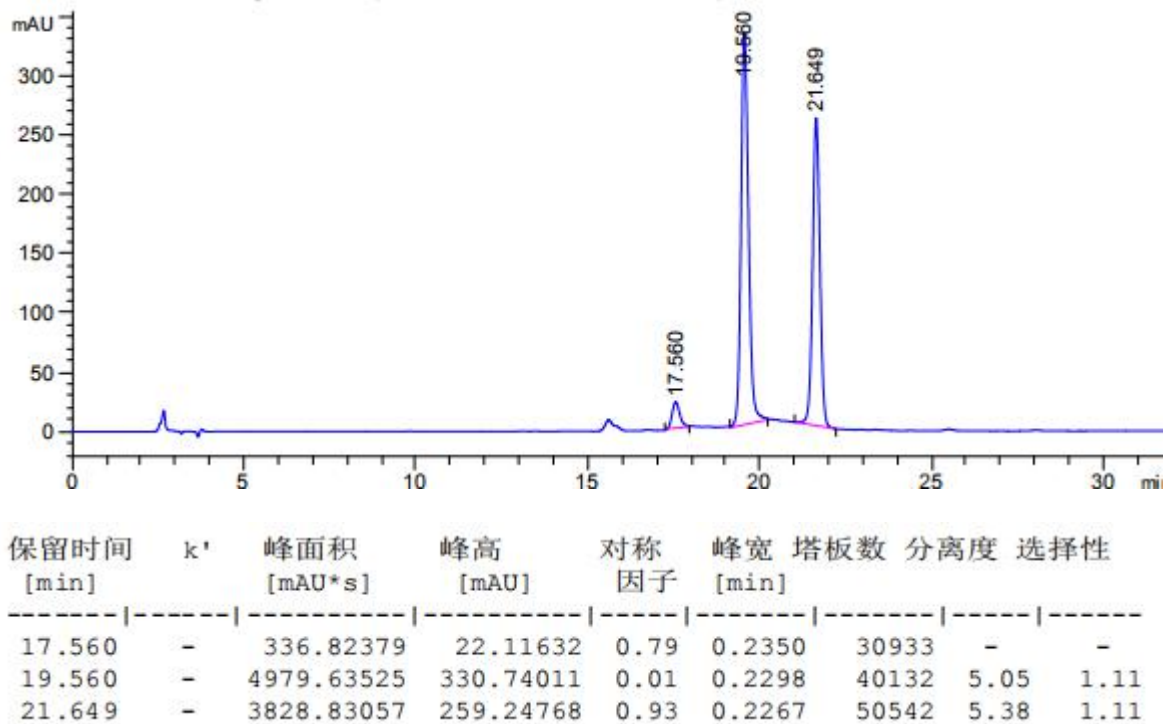


2.2.2 样品溶液（第一次寄的样品）-室温放置约 1.5h



19.5min 的杂质峰峰高涨了 600mAU

2.2 样品溶液（补寄的样品）



杂质比主峰大



● 结论

用月旭 Ultimate® XB-Phenyl (4.6×250mm, 5μm)和月旭 Ultimate® Phenyl-Ether (4.6×250mm, 5μm)色谱柱测试, 结果如上图所示; 前后两次寄送的待测样品, 在相同色谱条件相同色谱柱下测试, 与客户提供的杂质谱差异均较大, 寄送时样品内无冰袋, 怀疑样品已不稳定降解。

报告签字

测试: 李向珍

日期: 2021/03/23

审核: 吴小梅

日期: 2021/03/23

