

## 测试报告

样品信息			
样品名称	特利加压素	编号	W20210128-002
样品重量	5 g	剂型	白色粉末
收样日期	2021/2/3	测试期间	2021/2/4-2021/2/22
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	分离纯化-特利加压素纯度>98%，单杂<0.5%		
参考标准			
参考标准	自定	标样	/
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱仪	仪器型号	Waters 2695 Wisys 5000

### ● 色谱条件-纯度鉴定:

色谱柱:	月旭 Ultimate AQ-C18 (4.6×150 mm, 5 μm)		
梯度方法条件:	时间 (min)	流动相 A	流动相 B
	0	100	0
	35	100	0
	55	0	100
	65	0	100
检测波长:	210 nm		
柱温:	30 °C		
流速:	1.4 mL/min		
进样量:	50 μL		



注意事项:

● 流动相配置:

缓冲液: 精密称取 0.9902 g 硫酸铵, 加超纯水 1500 mL 溶解后, 缓慢滴加 (边加边搅拌) 硫酸 0.3ml, 混匀, 用 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜抽滤, 即得;

流动相 A (甲醇: 缓冲液=18.5:81.5): 精确移取色谱级甲醇 185 mL, 缓冲液 815mL, 经 0.45 $\mu\text{m}$  滤膜抽滤, 即得;

流动相 B (甲醇: 缓冲液=30:70): 精确移取色谱级甲醇 270 mL, 缓冲液 630 mL, 经 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜抽滤, 即得;

● 样品溶液的配置

样品储备液: 精密称取本品 0.0081 g, 加 1 ml(0.1%TFA 水溶液: 乙腈=90:10), 制成每 1ml 中含 8 mg 的特利加压素的储备液, 经 0.22  $\mu\text{m}$  滤膜过滤即得。

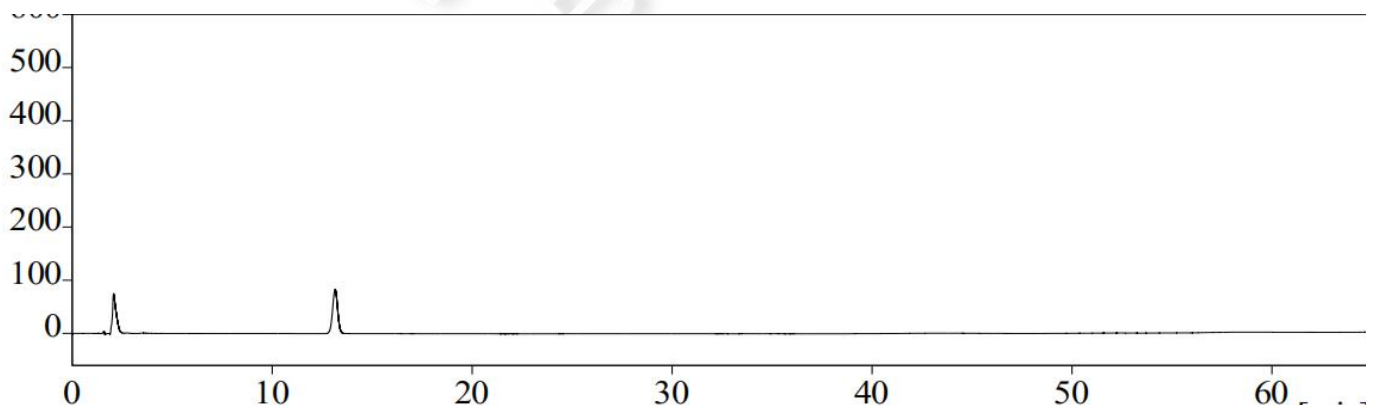
样品溶液: 精密移取储备液 100  $\mu\text{L}$ , 加(0.1%TFA 水溶液: 乙腈=90:10)定容到 1 mL,制成每 1ml 中含 0.81 mg 的特利加压素的样品溶液, 经 0.22  $\mu\text{m}$  滤膜过滤即得。

0.1%TFA 水溶液: 精密移取 1 mL TFA, 加入 1000 mL 超纯水, 混匀, 经 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜过滤, 即得。

● 谱图和数据

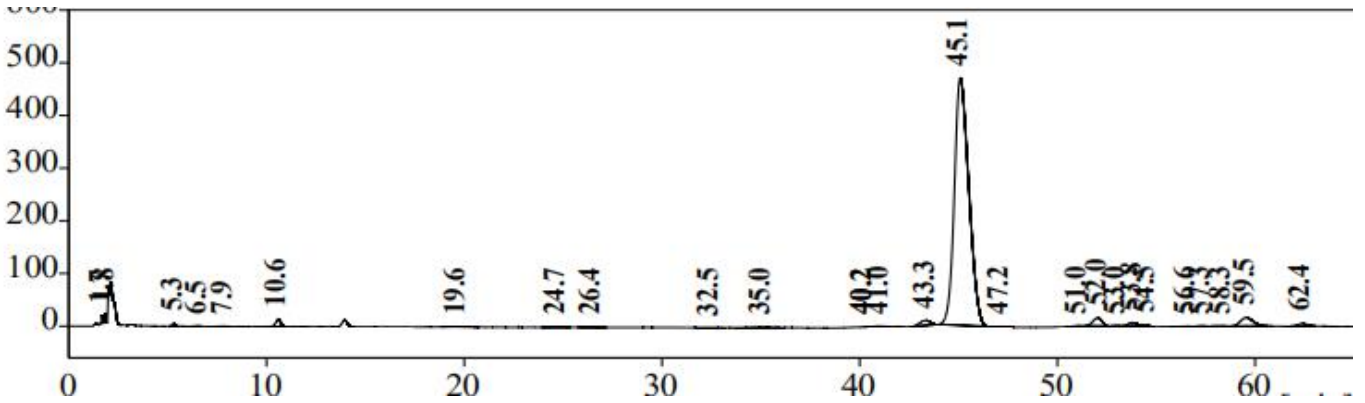
1. 使用仪器: Wisys 5000 月旭 Ultimate AQ-C18 (4.6 $\times$ 150 mm, 5  $\mu\text{m}$ )

(1) 空白

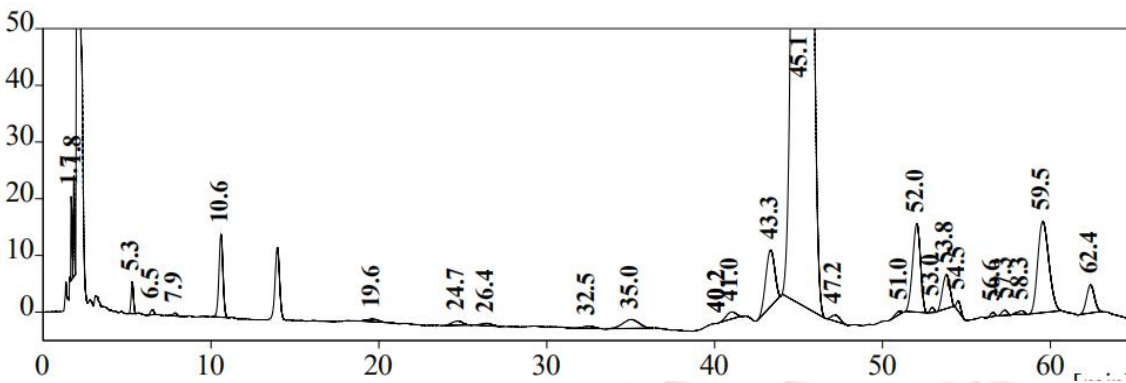


(2) 样品溶液纯度检测全图





(3) 样品溶液纯度检测局部放大图



	保留时间 [min]	峰面积 [mV.s]	峰高 [mV]	面积 [%]	峰高 [%]	柱效 [th.pl]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]
1	1.677	69.881	14.722	0.3	2.5	2335		1.481
2	1.830	81.583	17.737	0.3	3.0	3450	1.167	1.073
3	5.310	54.602	5.594	0.2	1.0	6644	18.116	1.048
4	6.503	12.277	0.901	0.0	0.2	4841	3.772	0.873
5	7.868	8.869	0.543	0.0	0.1	5873	3.489	0.822
6	10.595	243.481	14.595	0.9	2.5	9319	6.435	0.988
7	19.612	23.651	0.494	0.1	0.1	3357	10.085	0.994
8	24.697	32.846	0.747	0.1	0.1	6579	3.965	0.937
9	26.417	18.395	0.428	0.1	0.1	7028	1.392	1.023
10	32.470	17.798	0.363	0.1	0.1	8722	4.579	0.962
11	35.033	107.345	1.585	0.4	0.3	5829	1.593	0.919
12	40.210	0.004	0.007	0.0	0.0	201539617	5.621	0.625
13	40.215	0.002	0.008	0.0	0.0	358381763	0.506	1.500
14	40.998	49.189	1.247	0.2	0.2	19004	1.311	0.907
15	43.338	369.396	9.947	1.4	1.7	28428	2.116	0.902
16	45.095	23894.678	470.112	89.4	79.9	17900	1.482	1.212
17	47.152	38.333	1.058	0.1	0.2	31531	1.711	1.177
18	51.033	15.748	0.522	0.1	0.1	96504	4.528	0.677
19	52.043	507.702	15.597	1.9	2.7	55138	1.312	0.922
20	52.970	14.264	0.880	0.1	0.1	210619	1.378	0.948
21	53.798	182.322	6.033	0.7	1.0	63711	1.264	0.948
22	54.507	30.670	1.840	0.1	0.3	200288	1.060	1.266
23	56.568	13.229	0.711	0.0	0.1	192671	4.123	0.851
24	57.272	20.862	0.924	0.1	0.2	125841	1.215	0.970



	保留时间 [min]	峰面积 [mV.s]	峰高 [mV]	面积 [%]	峰高 [%]	柱效 [th.pl]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]
25	58.292	18.557	0.657	0.1	0.1	80027	1.391	0.797
26	59.547	743.088	16.089	2.8	2.7	36528	1.216	1.184
27	62.387	161.309	4.964	0.6	0.8	80774	2.681	1.018
	合计	26730.081	588.305	100.0	100.0			

## ● 结论

使用月旭 Ultimate AQ-C18 (4.6×150 mm, 5μm), 在此色谱条件下测定纯度符合客户要求。

## ● 色谱条件-制备

色谱柱:	月旭 Ultimate LP-C18 (4.6×250 mm, 5 μm)	
制备方法条件:	0.1% TFA 水溶液	乙腈
	85	15
检测波长:	225 nm	
柱温:	30 °C	
流速:	1.0 mL/min	
进样量:	150 μL	
注意事项:	\	

## ● 流动相配置:

流动相 A (0.1% TFA 水溶液): 精密移取 1 mL TFA, 加入 1000 mL 超纯水, 经 0.45 μm 滤膜抽滤, 即得;

流动相 B (乙腈): 取适量色谱级乙腈, 经 0.45 μm 滤膜抽滤, 即得;

## ● 样品溶液的配制

样品储备液: 精密称取本品 0.0081 g, 加 1 ml(0.1%TFA 水溶液: 乙腈=90:10), 制成每 1ml 中含 8 mg 的特利加压素的储备液, 经 0.22 μm 滤膜过滤即得。

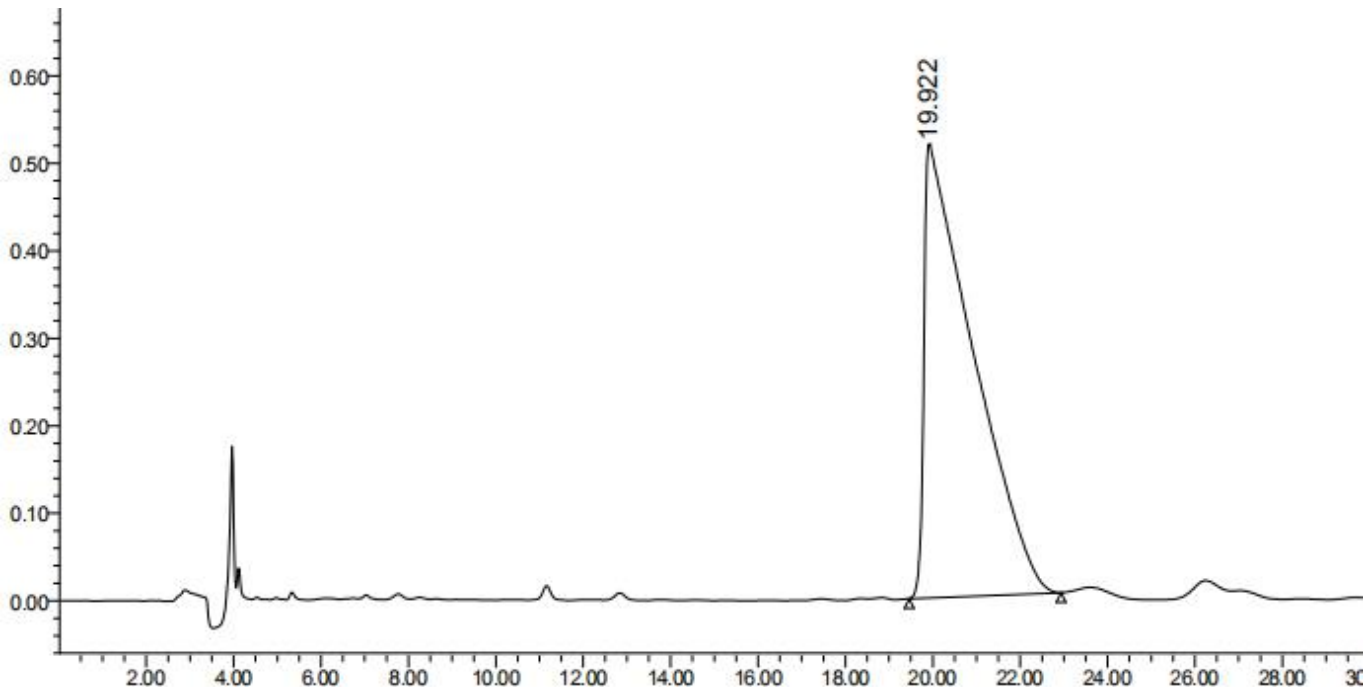
样品溶液: 精密移取储备液 100 μL, 加(0.1%TFA 水溶液: 乙腈=90:10)定容到 1 mL,制成每 1ml 中含 0.81 mg 的特利加压素的样品溶液, 经 0.22 μm 滤膜过滤即得。



## ● 谱图和数据

1. 使用仪器: Wisys 5000 月旭 Ultimate LP-C18 (4.6×250 mm, 5 μm)

(1) 样品溶液制备谱图



## ● 结论

使用月旭月旭 Ultimate LP-C18 (4.6×250 mm, 5 μm), 在此色谱条件下测定。

色谱条件-冷冻干燥后纯度检测:

色谱柱:	月旭 Ultimate AQ-C18 (4.6×150 mm, 5 μm)
进样量:	10 μL
注意事项:	\

## ● 样品溶液的配制

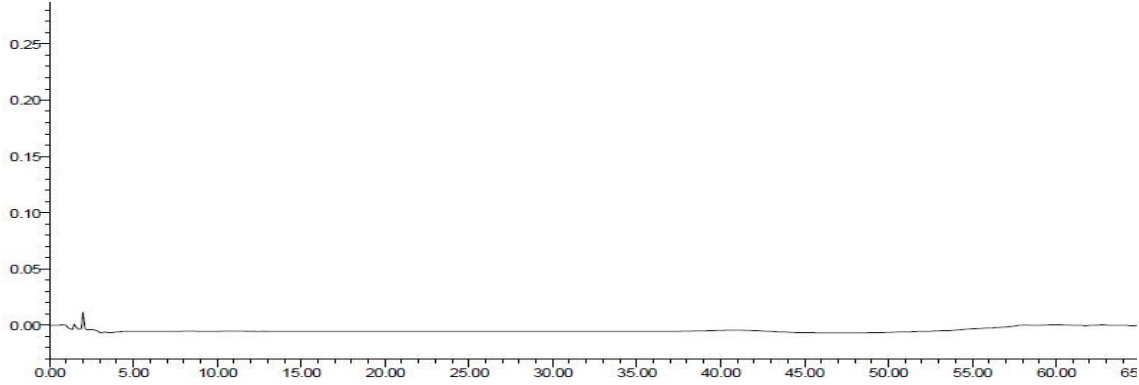
制备液(冷冻干燥后): 精确移取 1 mL(0.1%TFA 水溶液: 乙腈=50:50)加入到冷冻干燥后的样品瓶中, 超声溶解, 用 0.45 μm 滤膜过滤, 即得;

## ● 谱图和数据

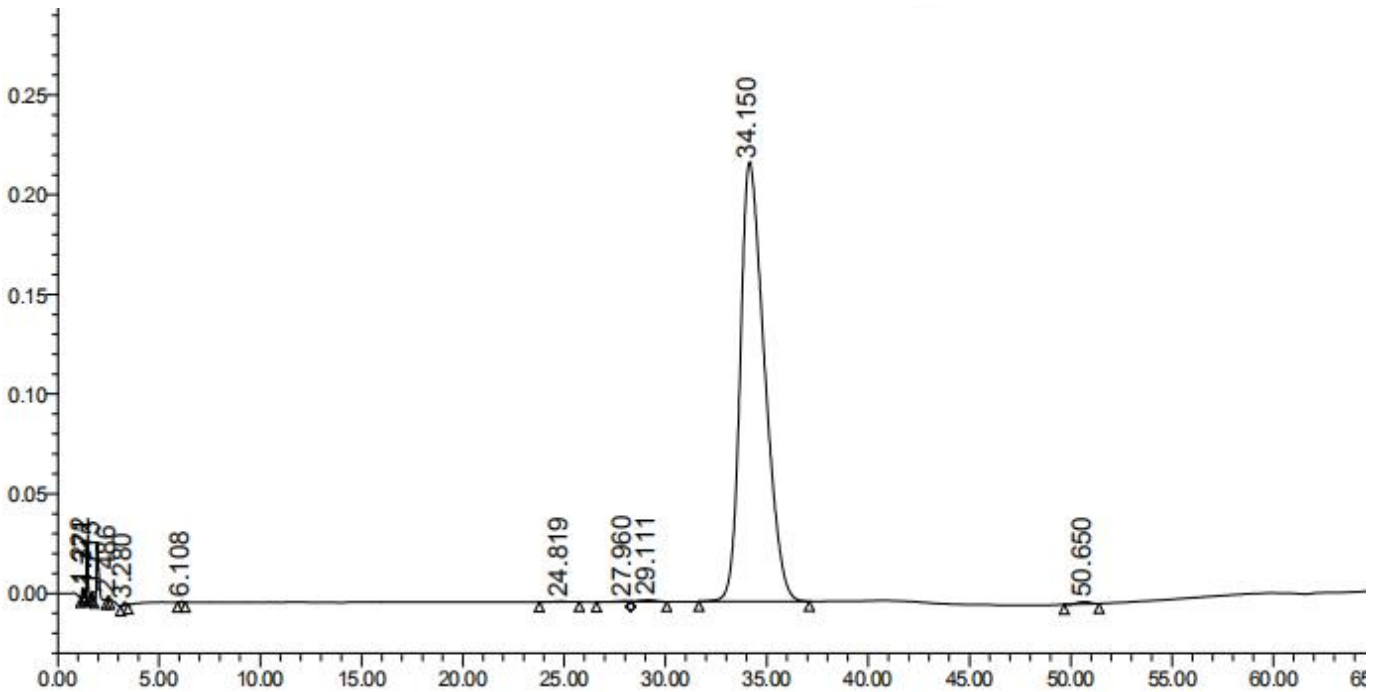
1. 使用仪器: Waters 2695 月旭 Ultimate AQ-C18 (4.6×150 mm, 5 μm)

(1) 空白





(2) 制备液纯度检测

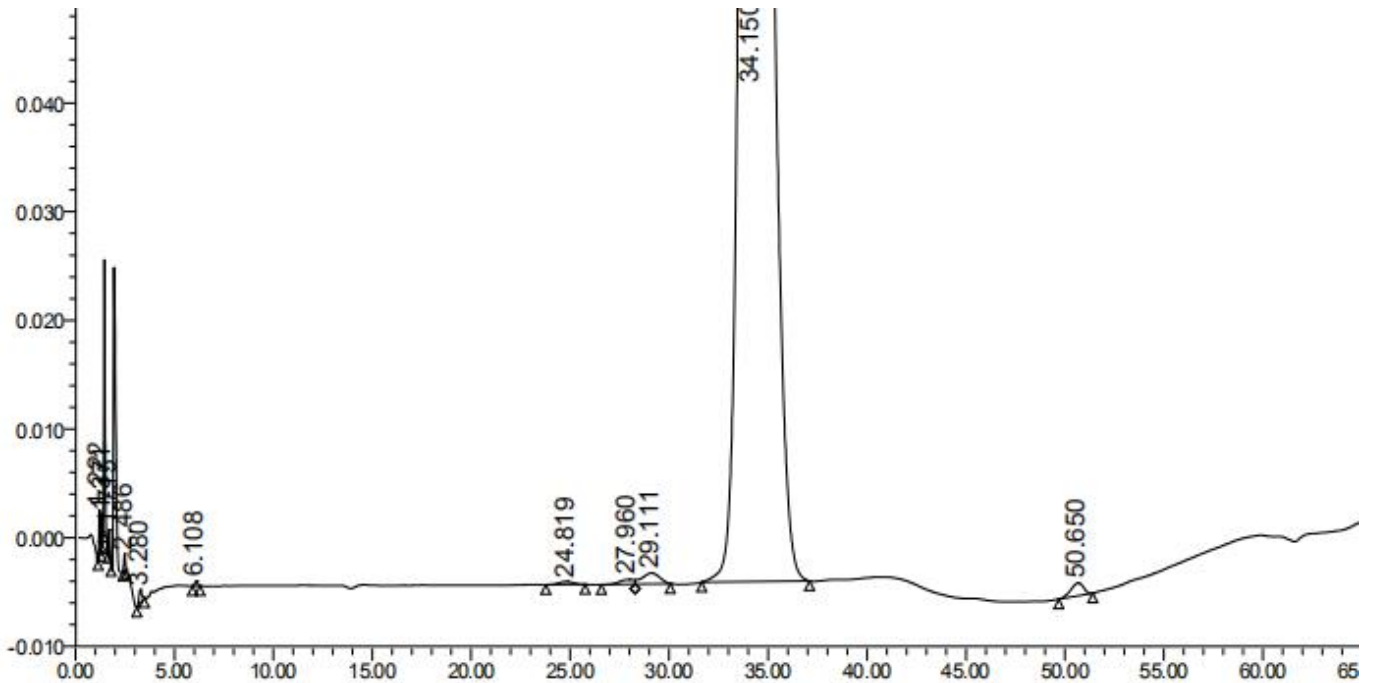


名称	保留时间	面积	% 面积	高度 (微伏)	分离度	USP 理论塔板数
1	1.222	20204	0.11	4256		1.371633e+003
2	1.371	4982	0.03	1989	1.511584e+000	5.670125e+003
3	1.715	13001	0.07	2686	3.347437e+000	2.737073e+003
4	2.486	7832	0.04	1521	5.488076e+000	4.760026e+003
5	3.280	12028	0.06	1232	4.081397e+000	2.414371e+003
6	6.108	4362	0.02	447	1.114005e+001	8.684890e+003
7	24.819	13716	0.07	279	2.356203e+001	6.067262e+003
8	27.960	21715	0.12	434		
9	29.111	61217	0.33	995		4.530814e+003
10	34.150	18335265	98.86	220083	2.598732e+000	3.732527e+003
11	50.650	52015	0.28	1177	9.742108e+000	2.884549e+004

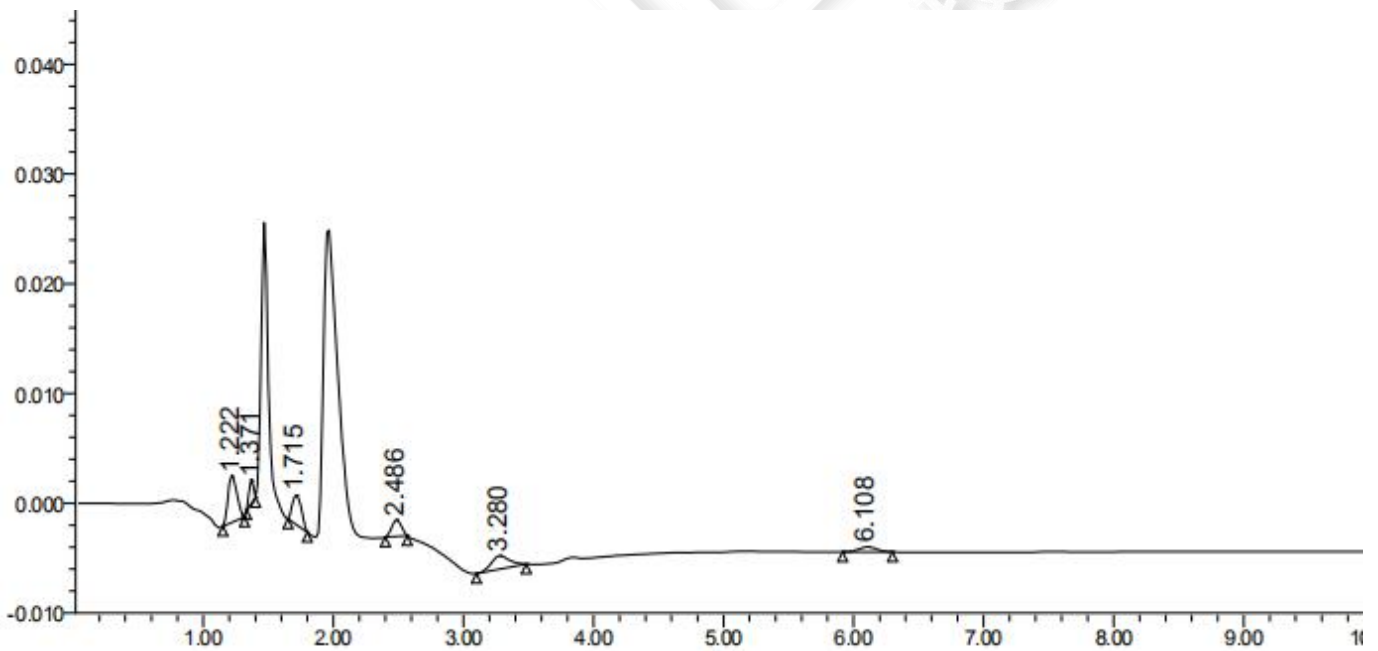
声明: 除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。  
 Add: 上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾(中山)科技园·紫荆园 10 号楼  
 Add: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号  
 Tel: 400-810-6969



(2) 制备液纯度检测放大图



(3) 制备液纯度检测局部放大图



## ● 结论

使用月旭 Ultimate LP-C18 (4.6×250 mm, 5μm), 单针上样为样品浓度为 0.81mg/ml, 进样体积为 150ul, 收集后, 按照纯度鉴定方法检测, 符合客户的要求, 主峰纯度>98%, 单杂<0.5%。

## 报告签字

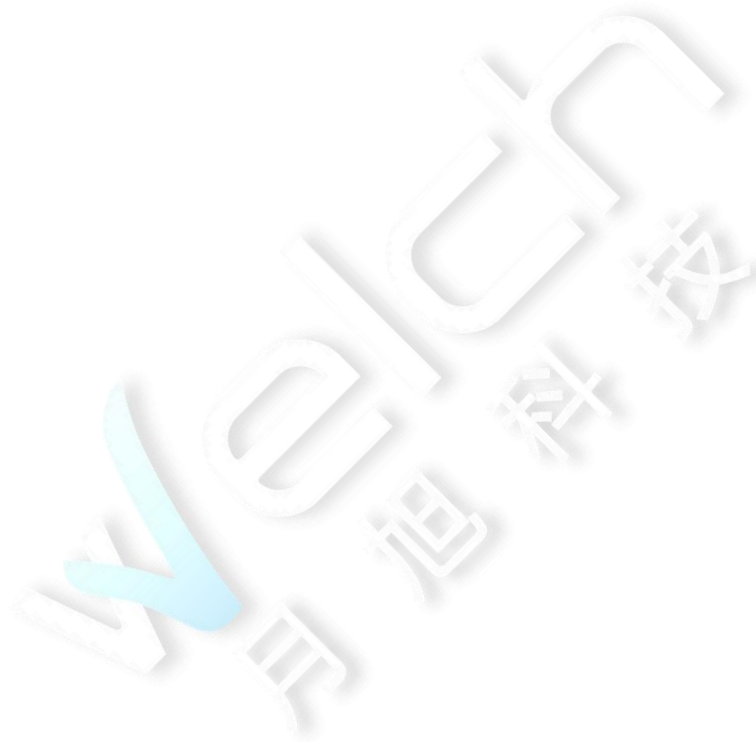


测试:彭路路

日期: 2021/02/23

审核: 陈艳芝

日期: 2021/02/23



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  
Tel:400-810-6969