

## 测试报告

样品信息			
样品名称	杂质 B 与杂质 E	项目编号	SHGZL-20230605-006
样品批号	/	样品性状	粉末、液体
收样日期	2023/06/15	测试期间	2023/06/16-2023/06/26
标样信息			
名称	规格	数量	
供试品	/	2	
杂质 B	0.2mg/mL	1	
杂质 E	0.2mg/mL	1	
实验要求			
旧柱子的出峰情况，在 4 个主峰后没有辅料峰出来，且客户验证方法用过 15%缓冲盐，也没有辅料出峰，平常用 70%乙腈水的条件也没有异常物质出峰，客户购买的两根新柱子出现目标峰后，出现 2 个辅料峰的情况，验证该情况是否是色谱柱引起的。			
参考方法			
客户提供			
试剂信息			
试剂名称	级别	品牌	
乙腈	色谱纯	月旭	
醋酸铵	AR	泰坦	
仪器信息			
仪器厂家	仪器型号		
赛默飞	Thermo UltiMate 3000		
安捷伦	Agilent 1260		

## 1. 试验过程

## 1.1. 色谱条件

色谱柱:	Ultimate® HILIC Silica (4.6×250mm,5µm)
流动相:	0.02mol/L 醋酸铵溶液 (用冰醋酸调节 pH 值至 3.5) -乙腈 (10: 90)

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 5 页

邮编: 201600

邮编: 321000

邮编: 211500



流速：	1.0mL/min
进样量：	10 $\mu$ L
柱温：	30 $^{\circ}$ C
检测器：	紫外
检测波长：	254nm
洗脱程序	等度
注意事项	/

## 1.2.溶液配制

### 1.2.1.流动相配制

0.02mol/L 醋酸铵：称取醋酸铵 1.54g，加水 1000mL 使溶解，用冰醋酸调节 pH 值至 3.5，混匀，抽滤过 0.45 $\mu$ m 微孔滤膜即得；

量取 0.02mol/L 醋酸铵 100mL 加入乙腈 900mL，混合均匀，超声脱气即得；

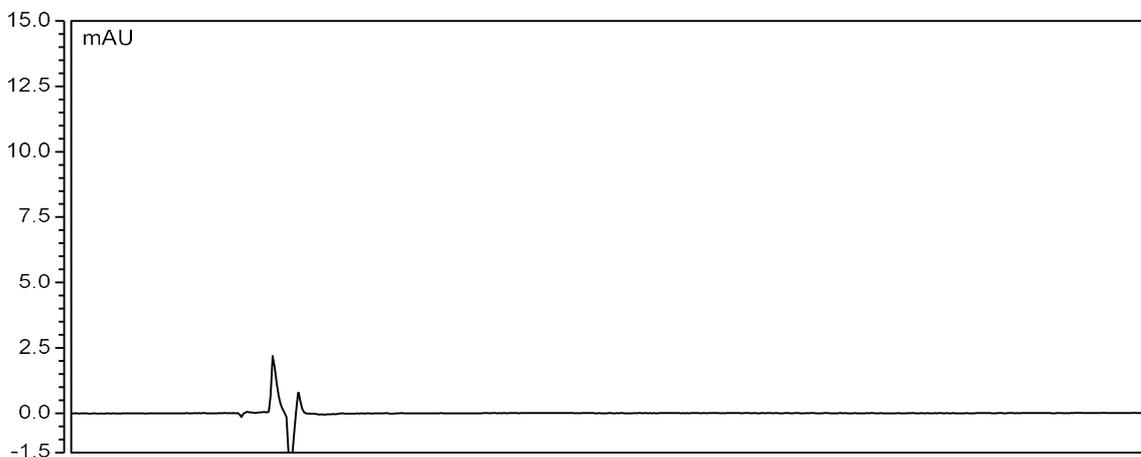
1.2.2.溶剂配制：量取 0.02mol/L 醋酸铵 35mL 加入乙腈 65mL，混合均匀即得；

1.2.3.对照品溶解配制：精密移取杂质 E 与杂质 B 储备液（客户提供）各 20 $\mu$ L，加入溶剂至 1mL，混匀即得；

1.2.4.供试品溶解配制：取本品 1 瓶，精密量取溶剂 6ml 加入容器中，振摇使溶解，摇匀，即得；

## 2.谱图和数据

### (1) 空白（新色谱柱-Thermo UltiMate 3000）



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

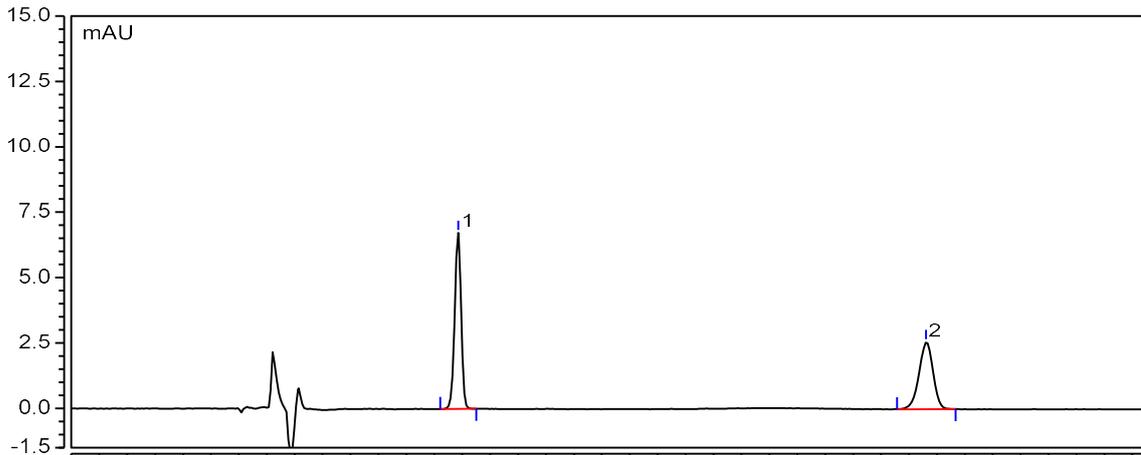
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969



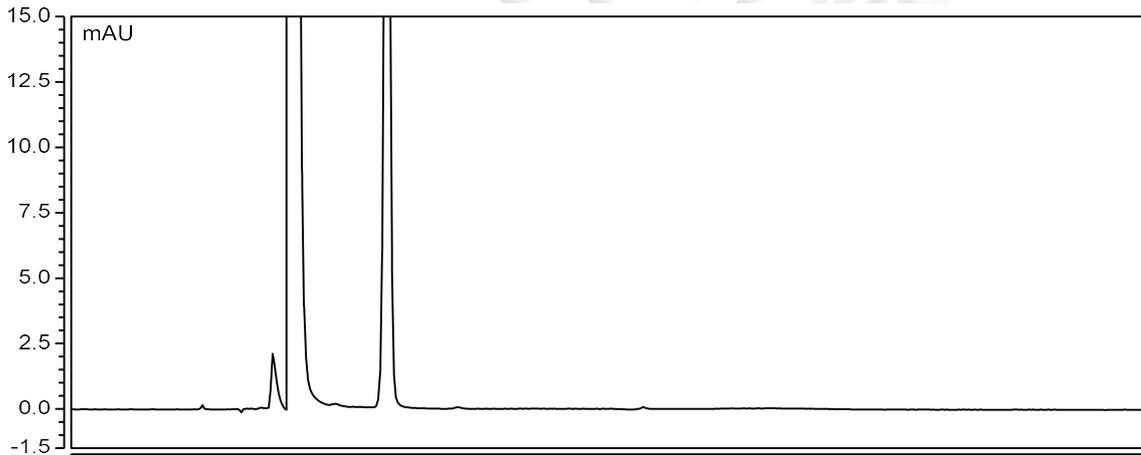
(2) 对照品（新色谱柱-Thermo UltiMate 3000）



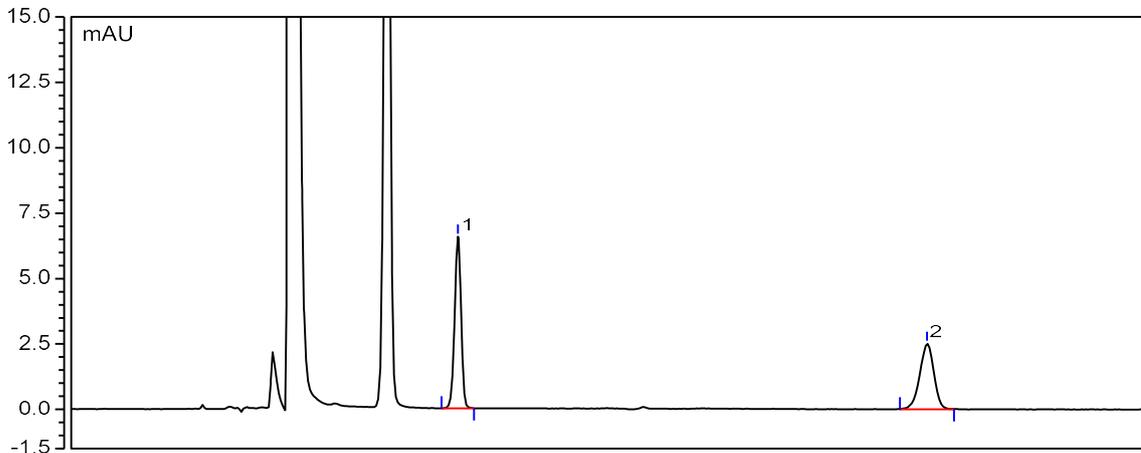
积分结果

序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (USP)	分离度 (USP)	不对称度 (EP)
1	6.927	0.877	6.730	18527	25.43	0.94
2	15.307	0.747	2.566	18061	n.a.	0.95
总和:	<b>22.233</b>		<b>9.295</b>	<b>36588.00</b>	<b>25.43</b>	

(3) 供试品（新色谱柱-Thermo UltiMate 3000）



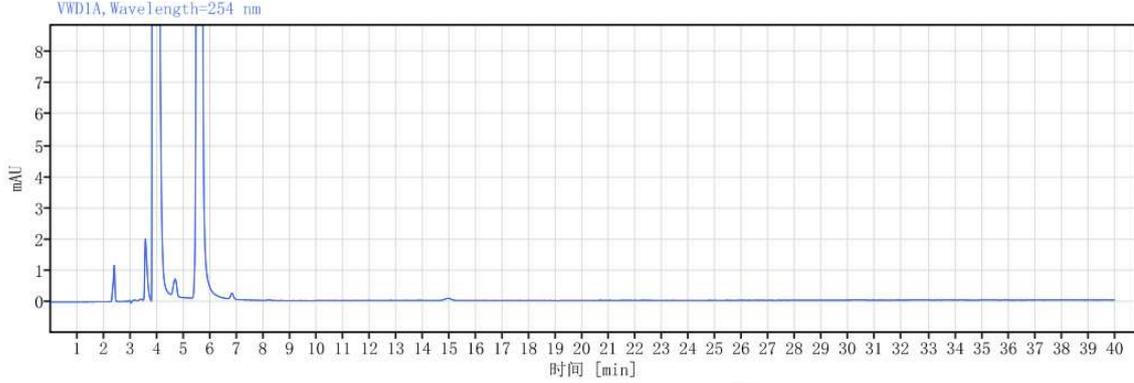
(4) 供试品+标（新色谱柱-Thermo UltiMate 3000）



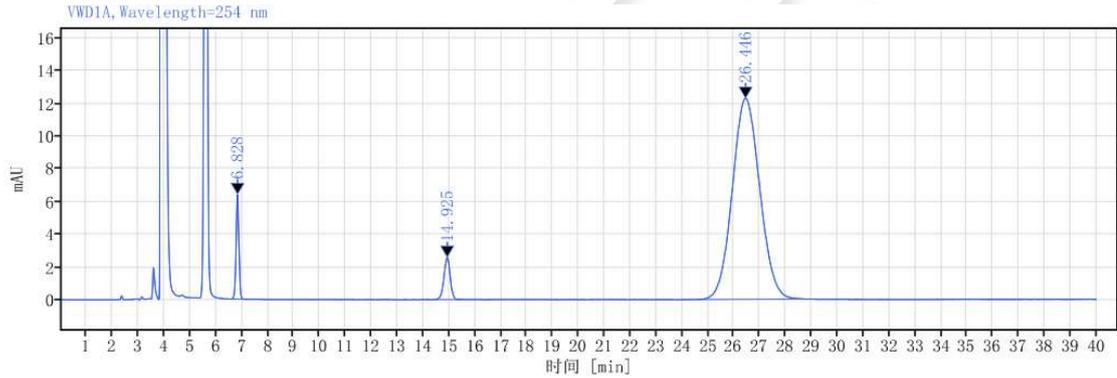
积分结果

序号	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	塔板数 (USP)	分离度 (USP)	不对称度 (EP)
1	6.925	0.856	6.563	18397	25.10	0.95
2	15.323	0.728	2.502	17370	n.a.	0.94
总和:	<b>22.248</b>		<b>9.065</b>	<b>35767.00</b>	<b>25.10</b>	

(5) 供试品（新色谱柱-Agilent 1260）



(6) 供试品+标（新色谱柱-Agilent 1260）

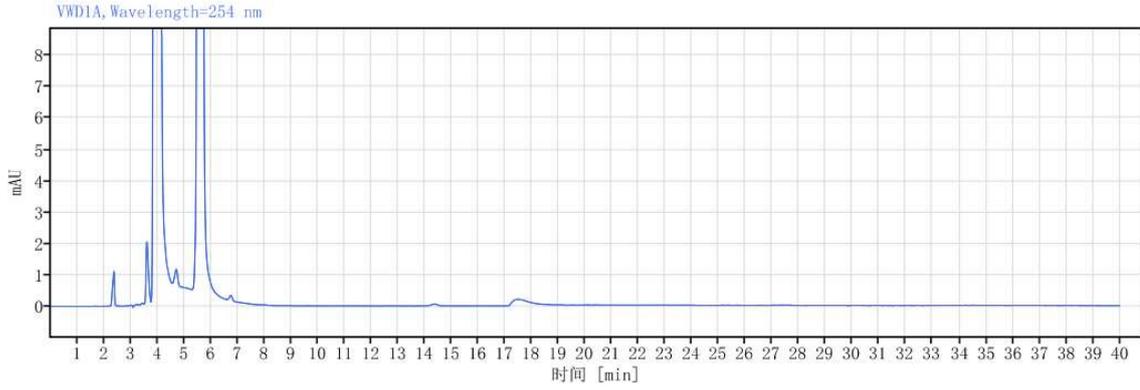


信号: VWD1A, Wavelength=254 nm

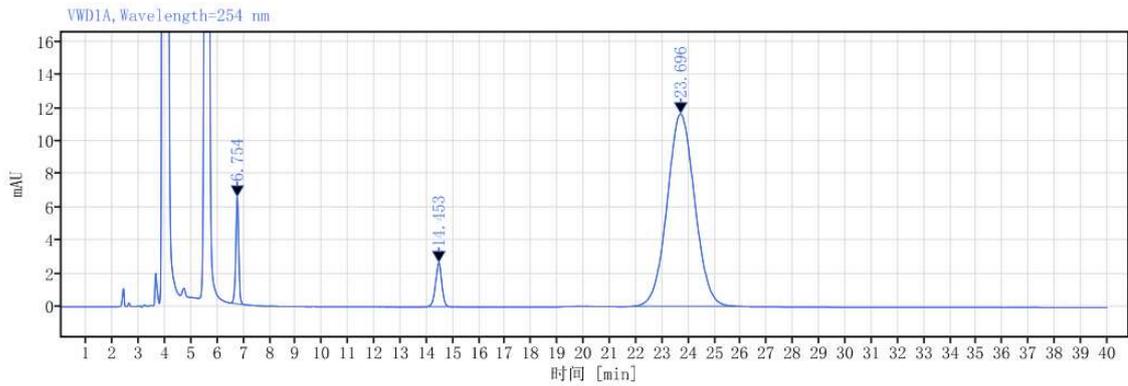
保留时间 [min]	峰面积	峰高	峰 分离度 USP	峰 拖尾因子	峰 理论塔板数 USP
6.828	49.41	6.39		0.98011	18082.85912
14.925	43.07	2.57	25.09898	0.95900	18231.39374
26.446	905.26	12.29	9.59241	1.06650	2911.67815
<b>总和</b>	<b>997.74</b>				

(7) 供试品（客户色谱柱-Agilent 1260）





(8) 供试品+标 (客户色谱柱-Agilent 1260)



信号: VWD1A, Wavelength=254 nm

保留时间 [min]	峰面积	峰高	峰 分离度 USP	峰 拖尾因子	峰 理论塔板数 USP
6.754	51.12	6.46		0.96106	17050.11777
14.453	45.06	2.67	23.86973	0.95112	17396.79201
23.696	851.75	11.66	7.77658	1.03535	2389.77366
<b>总和</b>	<b>947.93</b>				

### 3.结论

20min 之后出现了新的未知杂质峰，初步判断为供试品长时间降解产生的杂质；客户色谱柱在 17-18min 位置坐标放大可以看到有辅料峰，使用月旭 Ultimate® HILIC Silica (4.6×250mm,5µm) 新批次色谱柱，在此色谱条件下测定，无辅料峰，与客户以前的结果可对应。

报告人: Lily

审核人: Tim

日期: 2023/06/26

