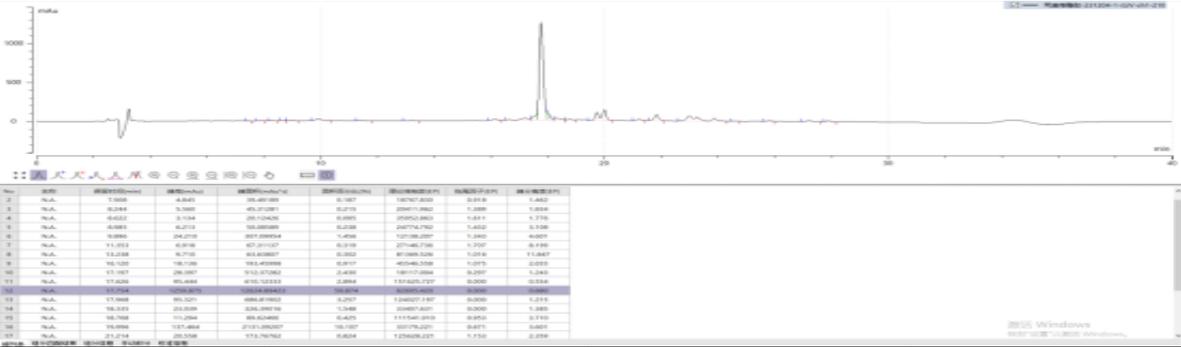


分离纯化报告

样品信息			
样品名称	司美格鲁肽	项目编号	20240124-080
样品性状	白色粉末	样品重量	1g
收样日期	2024/2/01	测试期间	2024/02/01~2024/02/08
目标物信息			
			
目标物保留时间	目标物：17.754min	面积归一化含量 (210nm, %)	59.874%
实验要求			
筛选制备柱填料，制备目标物，使目标物的纯度，上样量，回收率满足客户要求			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
三氟乙酸	AR	阿拉丁	
碳酸氢铵	AR	麦克林	
纯水	二级	月旭	
纯乙腈	HPLC	月旭	
仪器信息			
仪器名称	仪器型号	仪器厂家	
分析液相	Waters e2695	Waters	
制备液相	Sail 1000	月旭	



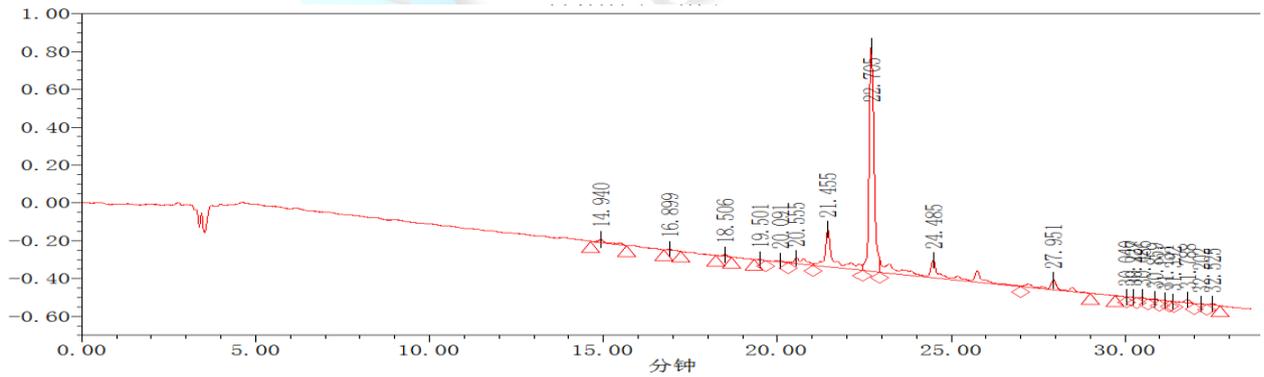
1. 试验过程

1.1. 方法重现

称取 5mg 司美格鲁肽，加入 5ml 50%乙腈水溶液进行超声溶解，过滤至进样小瓶中，按照以下色谱分析方法进行分析：

色谱柱	Ultimate XB-C8 (4.6×250mm, 5μm)		
流动相 A	0.1%TFA 水		
流动相 B	色谱级乙腈		
流速	1ml/min		
进样量	10μl		
柱温	40°C		
检测波长	210nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	70	30
	30	40	60
	50	20	80
	51	70	30
	61	70	30

分析图谱如图 2 所示：



峰结果								
名称	保留时间 (分钟)	面积 (微伏*秒)	USP 理论塔板数	USP 分离度	USP 拖尾	对称因子	% 面积	
1	14.940	276200					1.28	
2	16.899	87743					0.41	
3	18.506	75991					0.35	
4	19.501	26115					0.12	
5	20.091	112131					0.52	
6	20.555	666800					3.09	
7	21.455	3407596					15.78	
8	22.705	11219785					51.95	
9	24.485	4175414					19.33	

图 2 方法重现图谱

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



结论：通过与图 1 进行比较，可以确定 22.705min 为目标物。

1.2. 分离纯化过程

1.2.1. 一分制备

称取样品 110mg 加入 5ml 乙腈，超声溶解，加入 10ml 纯水进行稀释，过滤，即得。

仪器	Sail1000		
色谱柱	Ultimate XB-C8 (10×250mm, 10μm)		
流动相 A	0.1%TFA		
流动相 B	制备级乙腈		
流速	5ml/min		
进样量	110mg		
柱温	室温		
检测波长	210nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	70	30
	30	60	40
	50	20	80
	51	70	30
	61	70	30

制备图谱如图 3 所示：

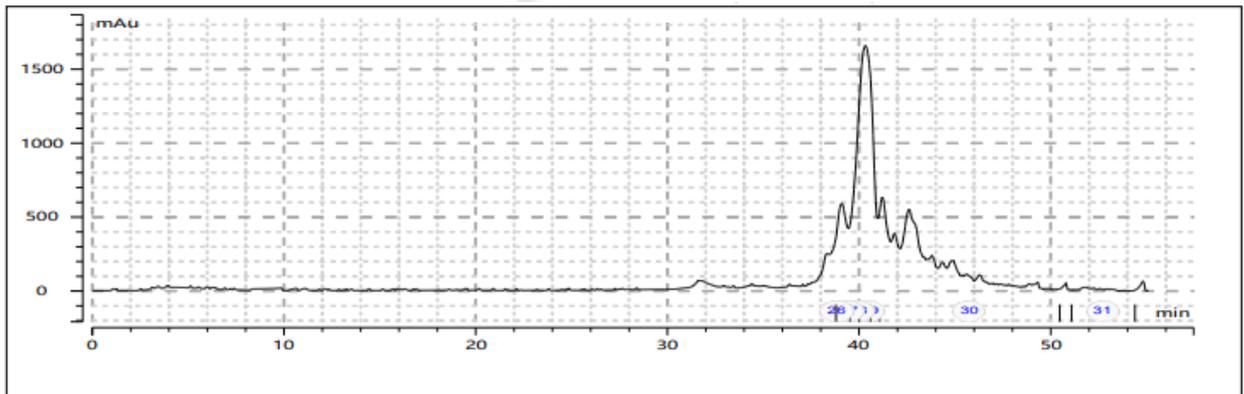
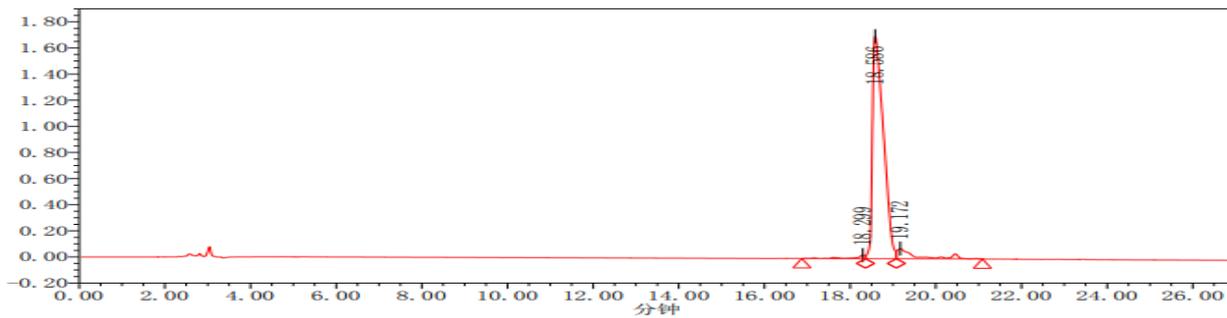


图 3 一分粗品制备图

收集目标馏分进行分析，分析图谱如图 4 所示





峰结果

名称	保留时间 (分钟)	面积 (微伏*秒)	USP 理论塔板数	USP 分离度	USP 拖尾	对称因子	% 面积
1	18.299	503495					1.52
2	18.586	30362891					91.62
3	19.172	2274675					6.86

图 4 一分馏分析图

按此方法进行样品制备收集目标馏分进行冻干，冻干称重 80mg。

1.2.2. 二分方法开发

流动相配置：

流动相 A：称取 1.58g 碳酸氢铵加入 1000ml 纯水，配置成 20mMol/L 的碳酸氢铵缓冲溶液，过滤，即得。

流动相 B：纯乙腈。

按以下方法进行分析

色谱柱	Ultimate XB-C8 (4.6×250mm, 5μm)		
流动相 A	20mMol/L 碳酸氢铵缓冲溶液		
流动相 B	色谱级乙腈		
流速	1ml/min		
进样量	10μl		
柱温	40°C		
检测波长	210nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	80	20
	30	50	50
	50	20	80
	51	80	20
	61	80	20

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

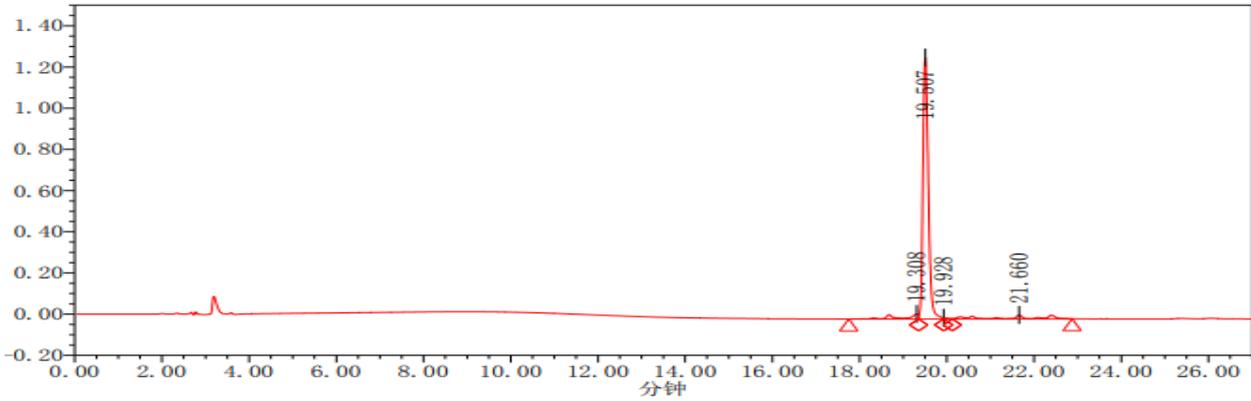
Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969



分析图谱如图 5 所示



峰结果

名称	保留时间 (分钟)	面积 (微伏*秒)	USP 理论塔板数	USP 分离度	USP 拖尾	对称因子	% 面积
1	19.308	540112					4.42
2	19.507	10854990					88.79
3	19.928	42999					0.35
4	21.660	787840					6.44

图 4 二分方法开发分析图

1.2.3. 二分制备

样品溶解：把一分冻干后的 80mg 样品加入 50%乙腈水溶液进行溶解，过滤，即得。

按以下方法进行二分制备

仪器信息	Sail 1000		
色谱柱	Ultimate XB-C8(10×250mm,10μm)		
流动相	流动相 A: 20mmol 碳酸氢铵缓冲盐 流动相 B: 纯乙腈		
柱温	室温		
检测波长	210nm		
流速	5ml/min		
进样量	110mg		
洗脱程序	时间	A	B
	0	75	25
	30	65	35
	50	20	80
	51	75	25
	61	75	25

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 5 页 共 6 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500



制备图谱如图 5 所示

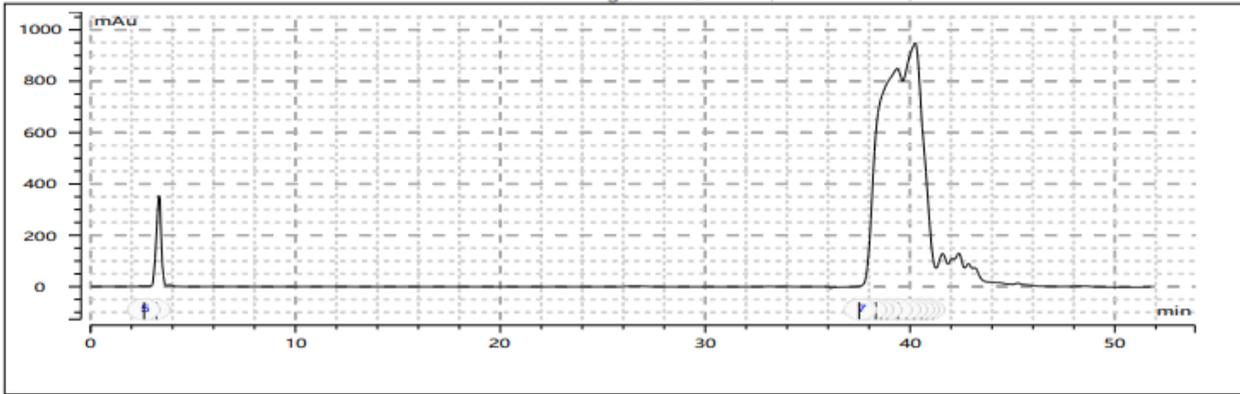
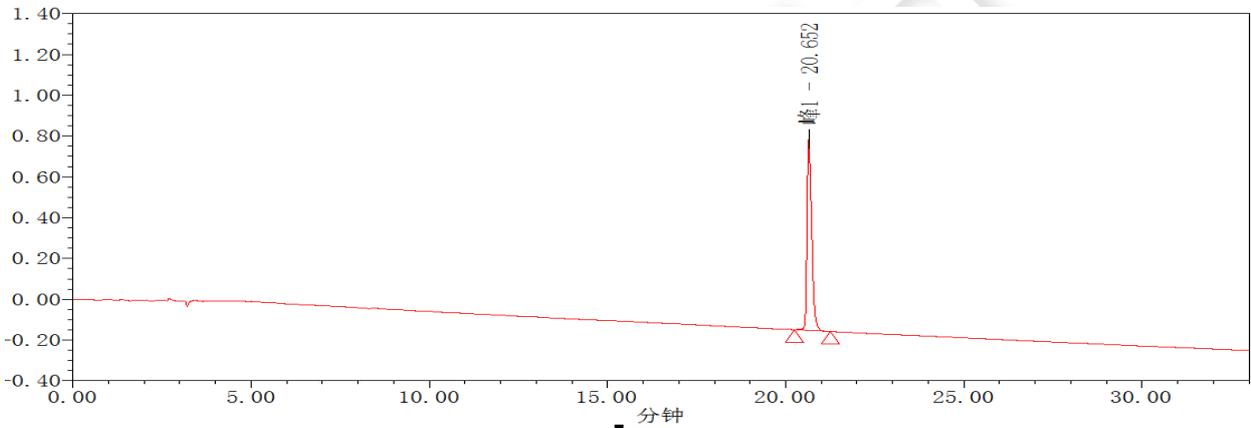


图 5 二分制备图

收集目标馏分按方法 1.1 进行分析，分析图谱如图 6 所示



峰结果							
名称	保留时间 (分钟)	面积 (微伏*秒)	USP 理论塔板数	USP 分离度	USP 拖尾	对称因子	% 面积
1 峰1	20.652	8442182	129181.152		1.497	1.50	100.00

图 5 二分分析图

把此馏分进行冻干处理后称重的 45mg

结论：由图可见制备液面积归一化含量为 100%（210nm），纯度符合客户要求。

2. 结论

使用月旭 Ultimate® XB-C8（10×250mm,10μm）在此色谱条件下进行制备，一分单针上样量为 110mg 时，制备收集到的目标物纯度为 91.62%（210nm）回收率 50%，二分单针上样量为 80mg 时，制备收集到的目标物纯度为 100%（210nm）回收率 60%，制备结果满足客户要求。

报告人:Mia

审核人: Jim

日期: 2024/02/20

