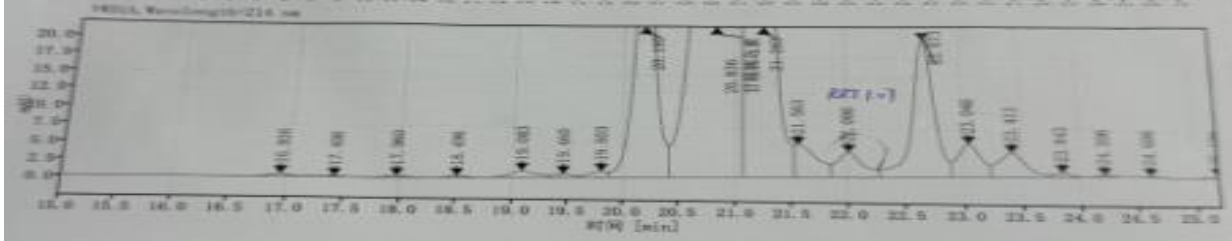
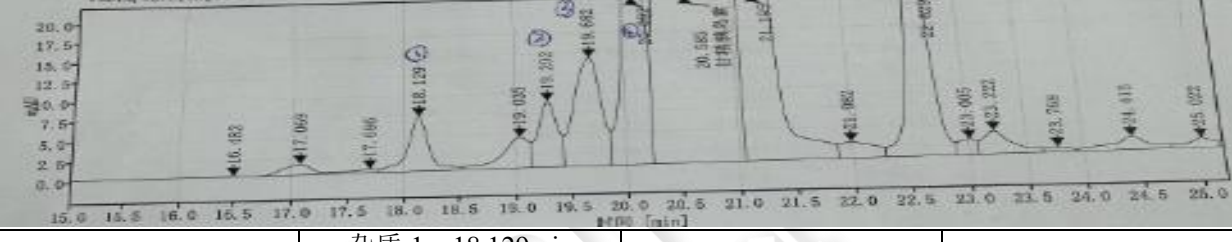


分离纯化报告

样品信息			
样品名称	甘精胰岛素	项目编号	20240909-885
样品性状	透明液体	样品重量	/
收样日期	2024/09/13	测试期间	2024/09/13~2024/09/14
目标物信息			
			
			
目标物保留时间	杂质 1: 18.129min 杂质 2: 19.292min 杂质 3: 19.682min 杂质 4: 20.092min 杂质 5: 22.006min	面积归一化含量 (214nm, %)	/
实验要求			
筛选色谱柱使得甘精胰岛素中的目标杂质得到分离			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
磷酸二氢钠	AR	阿拉丁	
磷酸	AR	麦克林	
氯化钠	AR	阿拉丁	
纯水	二级	月旭	
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	赛默飞 VH	赛默飞	



1. 试验过程

1.1. 方法重现

流动相配置：

磷酸盐缓冲液：取无水磷酸二氢钠 20.7g，加超纯水 900ml 使溶解，用磷酸调节 pH 值至 2.5，加超纯水定容至 1000ml，摇匀即得。

流动相 A：取氯化钠 36.8g，加磷酸二氢钠缓冲液 500ml 溶解，用 0.45um 水系滤膜，进行过滤，取滤液 250ml，加入 250ml 乙腈，500ml 超纯水，超声 15min 即得。

流动相 B：取氯化钠 6.4g，加磷酸二氢钠缓冲液 500ml 溶解，用 0.45um 水系滤膜，进行过滤，取滤液 250ml，加入 650ml 乙腈，100ml 超纯水，超声 15min 即得。

样品配置：

样品 1：上升段洗瓶液体

样品 2：下降段用 50%的乙腈水进行溶解，过滤即得。

仪器信息	赛默飞 VH		
色谱柱	Ultimate XB-C18 (4.6×250mm, 5μm)		
批号	1101.28		
序列号	60249901422		
柱压	18.5MPa		
流动相	流动相 A：磷酸盐缓冲液 流动相 B：磷酸盐缓冲液		
柱温	35℃		
检测波长	214nm		
流速	1ml/min		
进样量	10ul		
洗脱程序	时间	A	B
	0	96	4
	20	83	17
	30	63	37
	33	96	4
	40	96	4

上升段分析图谱如图 1 所示：

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



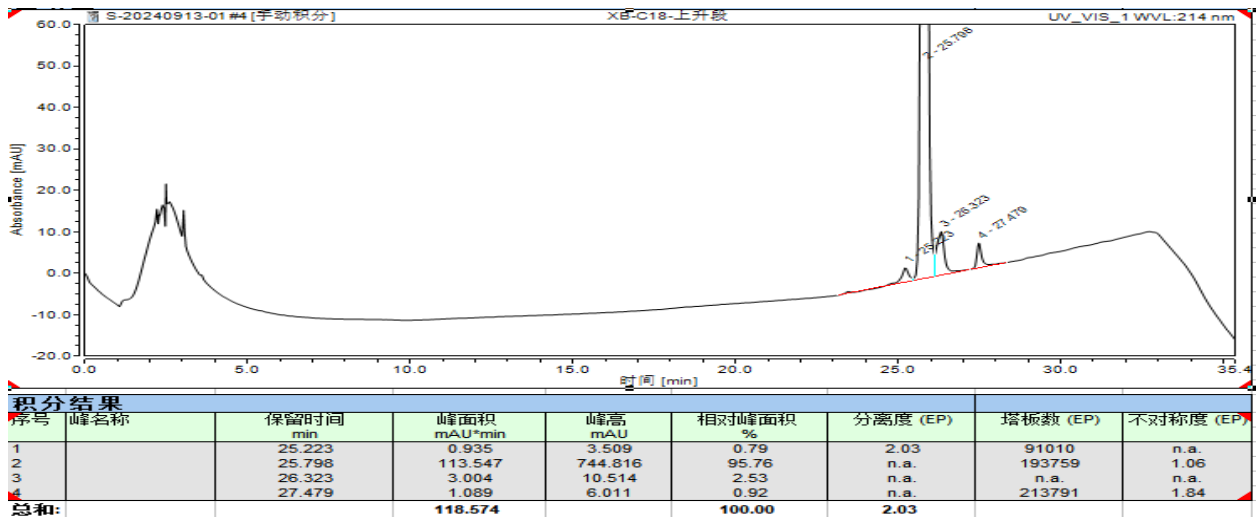


图 1 XB-C18 上升段分析图谱

下降段分析图谱如图 2 所示：

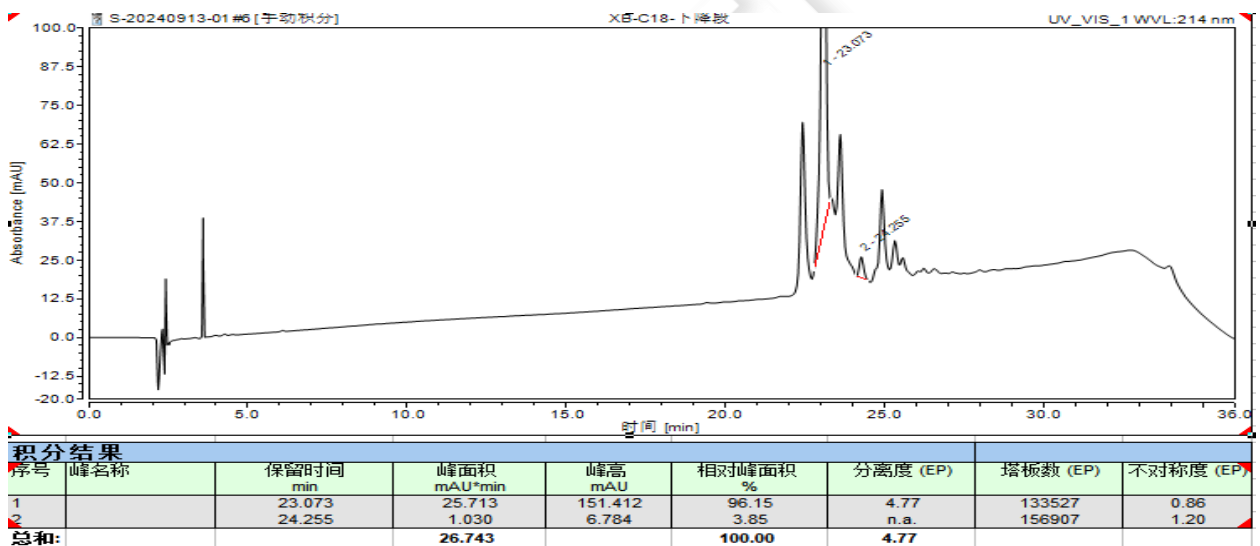


图 2 XB-C18 下降段分析图谱

结论：通过与客户提供的图片进行比较，可以确定 25.223min 为上升段的目标杂质，24.255 为下降段目标物。

1.2. 方法开发

流动相以及样品同方法 1.1，分析方法如下：

仪器信息	赛默飞 VH
色谱柱	Ultimate Phenyl-Ether (4.6×250mm,5μm)
批号	2901.16
序列号	60230501713

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



柱压	18.5MPa		
流动相	流动相 A: 磷酸盐缓冲液 流动相 B: 磷酸盐缓冲液		
柱温	35℃		
检测波长	214nm		
流速	1ml/min		
进样量	10ul		
洗脱程序	时间	A	B
	0	96	4
	20	83	17
	30	63	37
	33	96	4
	40	96	4

上升段分析图谱如下图 3 所示：

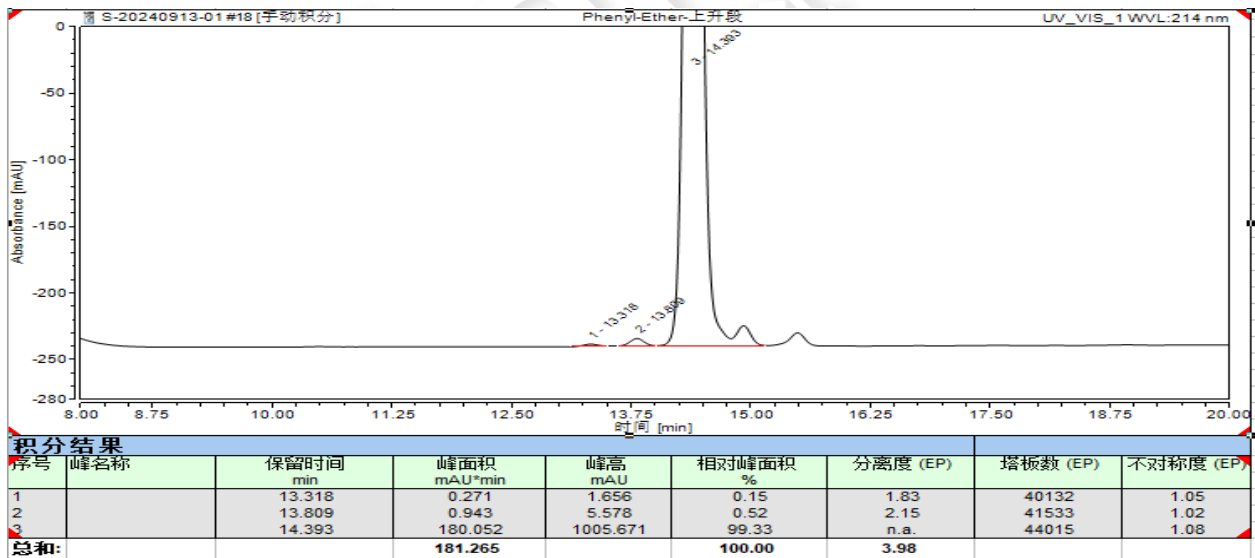


图 3 Phenyl-Ether 上升段分析图谱

上升段分析图谱如下图 4 所示：



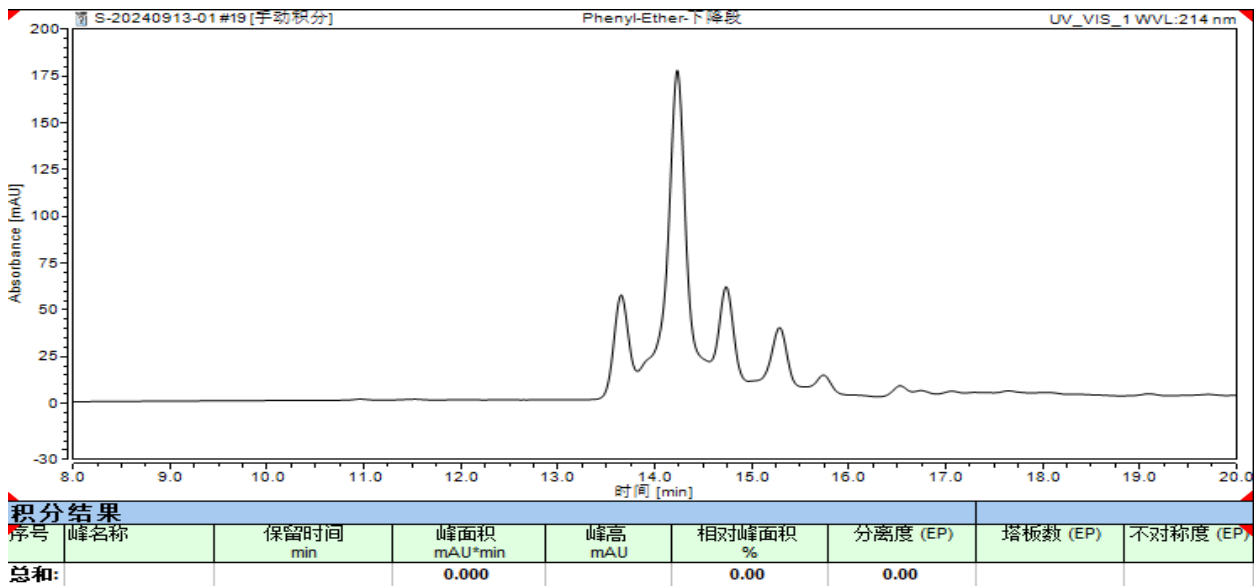


图 4 Phenyl-Ether 下降段分析图谱

2. 结论

使用月旭 Ultimate® XB-C18 (4.6×250mm,5μm) 在此色谱条件下进行分析, 对下降段的杂质分离最优, 使用月旭 Ultimate® Phenyl-Ether (4.6×250mm,5μm) 在此色谱条件下进行分析, 对上升段的杂质分离最优。

报告人:Mia

审核人:Jim

日期:2024/9/24

