

测试报告

样品信息			
样品名称	西吡氯铵	项目编号	SHGZL-20240711-005
样品批号	/	样品性状	液体
收样日期	2024/07/15	测试期间	2024/07/26-08/21
标样信息			
名称	规格	数量	
系统溶液	/	1	
杂质 I	/	1	
杂质 II	/	1	
甲醇空白	/	1	
实验要求			
解决分离度和峰形不好的问题			
参考方法			
客户方法			
试剂信息			
试剂名称	级别	品牌	
四甲基氢氧化铵五水合物	AR 级	阿拉丁	
磷酸二氢钾	AR 级	麦克林	
冰醋酸	AR 级	国药	
甲醇	HPLC 级	月旭科技	
仪器信息			
仪器厂家	仪器型号		
安捷伦	1260 Infinity II		

1. 试验过程

1.1. 色谱条件

色谱柱：	Ultimate® XB-CN (4.6×250 mm, 5 μm)
------	------------------------------------

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

流动相：	A: 0.02 mol/L 四甲基氢氧化铵溶液-0.003 mol/L 磷酸二氢钾溶液（10:3，用冰醋酸调节 pH 至 3.5） B: 甲醇		
流速：	1 mL/min		
进样量：	5 μ L、50 μ L、80 μ L		
柱温：	30 $^{\circ}$ C		
检测器：	紫外检测器		
检测波长：	259 nm		
洗脱程序	时间（min）	A（%）	B（%）
	0	50	50
	8	30	70
	30	30	70
	32	50	50
	40	50	50
注意事项	/		

1.2. 溶液配制

1.2.1. 流动相配制

0.02 mol/L 四甲基氢氧化铵溶液：称 3.62 g 四甲基氢氧化铵五水合物，加入 1 L 超纯水溶解，抽滤备用；

0.003 mol/L 磷酸二氢钾溶液：称 0.408 g 磷酸二氢钾，加入 1 L 水溶解，抽滤备用

0.02 mol/L 四甲基氢氧化铵溶液和 0.003 mol/L 磷酸二氢钾溶液按比例 10:3 混合，用冰醋酸调 pH 至 3.5，即得流动相 A；

取甲醇为流动相 B；

1.2.2. 溶液配制

系统溶液（甲醇溶剂）：客户提供；

系统溶解（50%甲醇溶解）：取客户提供的系统溶液与水等体积混合即得；

2. 谱图和数据

（1）系统检测（甲醇做溶剂，进样 50 μ L）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

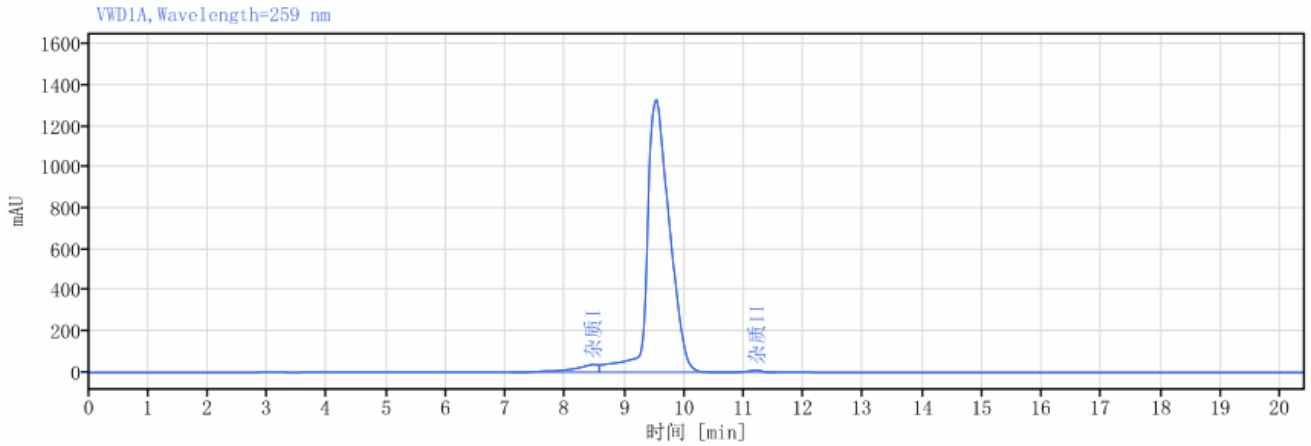
第 2 页 共 5 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500

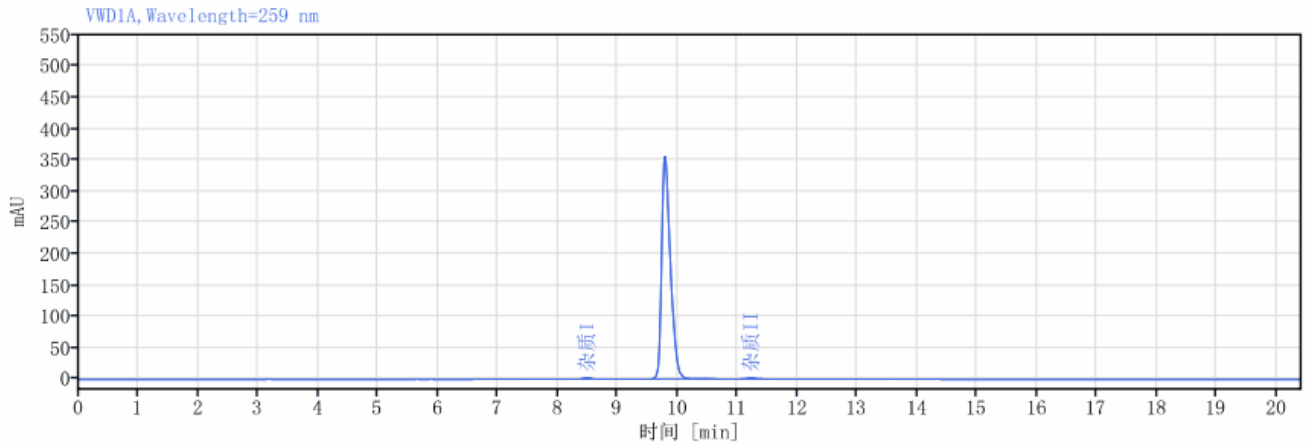




信号: VWD1A, Wavelength=259 nm

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP	峰信噪比
杂质I	8.472	1081.84	3.01	37.72		0.54863	119.00743	
	9.530	34694.84	96.56	1330.87	0.55929	1.22926	3217.68018	
杂质II	11.220	153.18	0.43	10.40	3.17251	0.68667	13010.78357	
总和		35929.86						

(2) 系统溶液（甲醇做溶剂，进样 5 μ L）检测图谱

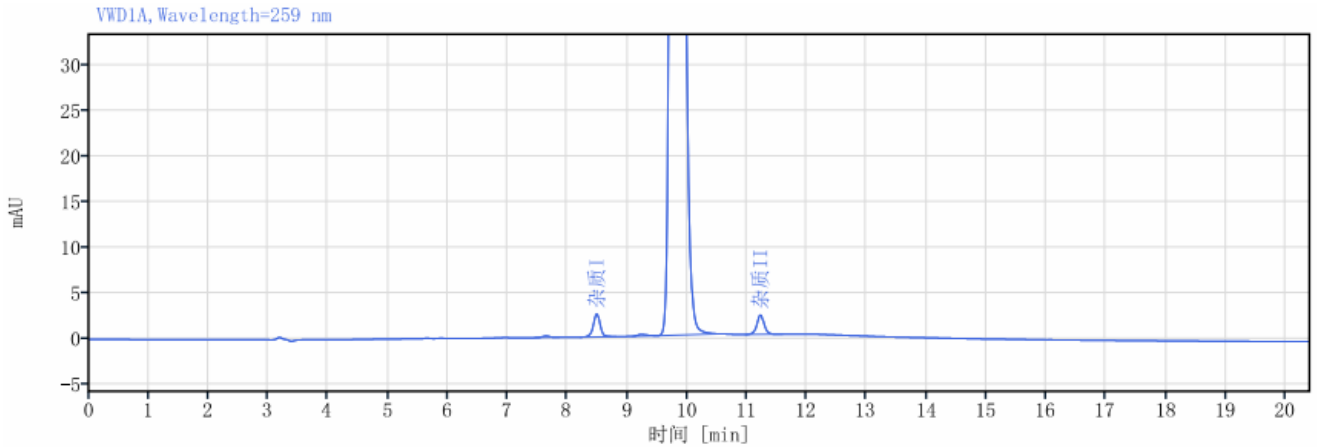


信号: VWD1A, Wavelength=259 nm

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP	峰信噪比
	7.645	1.43	0.04	0.16		1.41793	18809.24837	
杂质I	8.492	20.06	0.55	2.51	3.95994	1.00136	27562.65622	
	9.237	2.13	0.06	0.19	2.96245	1.72598	15449.77282	
	9.793	3603.98	98.85	355.32	1.96114	1.47701	20973.06874	
杂质II	11.227	18.16	0.50	2.13	5.87354	1.06115	42588.20102	
总和		3645.76						



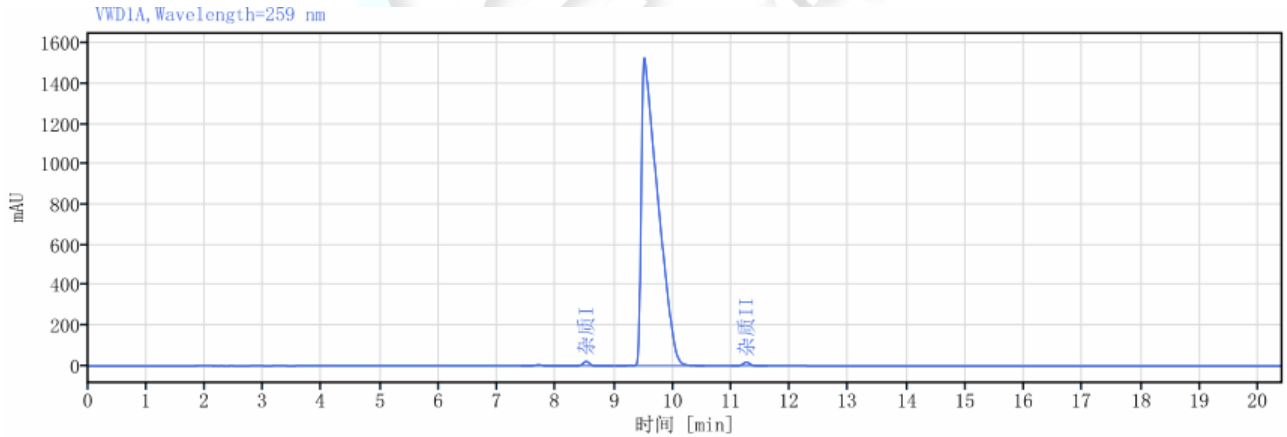
放大量程:



信号: VWD1A, Wavelength=259 nm

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP	峰信噪比
	7.645	1.43	0.04	0.16		1.41793	18809.24837	
杂质 I	8.492	20.06	0.55	2.51	3.95994	1.00136	27562.65622	
	9.237	2.13	0.06	0.19	2.96245	1.72598	15449.77282	
	9.793	3603.98	98.85	355.32	1.96114	1.47701	20973.06874	
杂质 II	11.227	18.16	0.50	2.13	5.87354	1.06115	42588.20102	
总和		3645.76						

(3) 系统溶液 (50%甲醇做溶剂, 进样 80 μL) 检测图谱

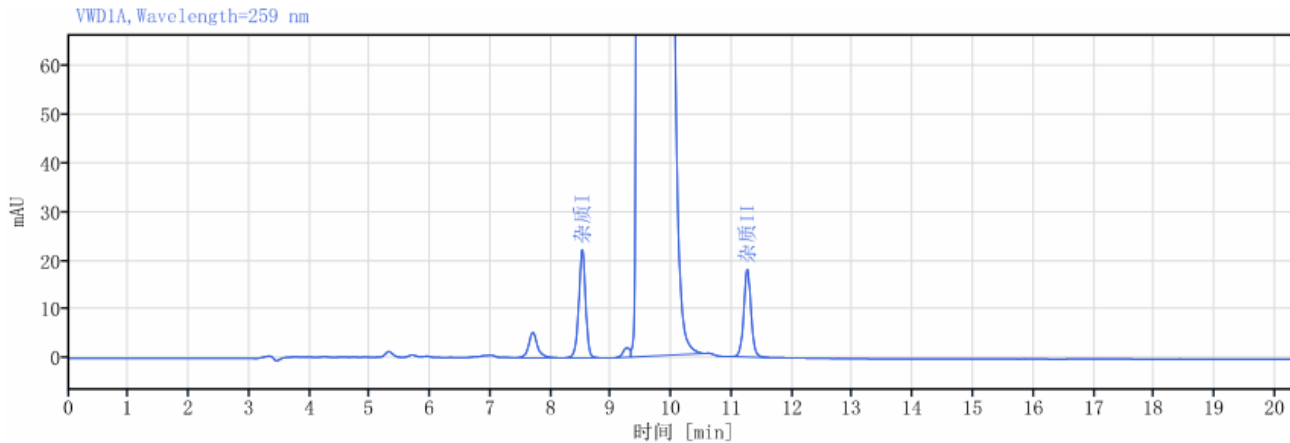


信号: VWD1A, Wavelength=259 nm

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP	峰信噪比
	7.701	53.94	0.18	5.19		1.15136	14963.23053	
杂质 I	8.520	175.29	0.58	22.27	3.59998	0.95504	28509.94396	
	9.258	15.54	0.05	1.94	2.82725	0.73653	13259.25358	
	9.512	29957.32	98.70	1530.59	0.61995	3.05480	5894.42565	
杂质 II	11.255	151.29	0.50	18.02	4.90399	1.02401	43706.06200	
总和		30353.38						



放大量程：



信号： VWD1A, Wavelength=259 nm

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积	峰面积 %	峰高	峰分离度 USP	峰拖尾因子	峰理论塔板数 USP	峰信噪比
	7.701	53.94	0.18	5.19		1.15136	14963.23053	
杂质 I	8.520	175.29	0.58	22.27	3.59998	0.95504	28509.94396	
	9.258	15.54	0.05	1.94	2.82725	0.73653	13259.25358	
	9.512	29957.32	98.70	1530.59	0.61995	3.05480	5894.42565	
杂质 II	11.255	151.29	0.50	18.02	4.90399	1.02401	43706.06200	
总和		30353.38						

3. 结论

使用月旭 Ultimate® XB-CN (4.6×250 mm, 5 μm) 色谱柱在此色谱条件下测试，系统溶液进样 50 μL，主峰和杂质峰峰形均前延，主峰和杂质 I 峰未能分离。系统溶液进样 5 μL，主峰和杂质峰可以正常分离且峰形无前延。将系统溶液用水稀释一倍得到溶剂体系为 50% 甲醇的系统溶液，进样 80 μL，主峰和杂质峰可以正常分离且峰形无前延。

通过甲醇作为样品溶剂不同进样体积 (50 μL 和 5 μL) 比较，以及不同溶剂体系 (甲醇和 50% 甲醇分别作为样品溶剂) 的进样结果比较可知，在 50% 甲醇作为梯度洗脱的初始条件下，甲醇做为样品溶剂会有明显的溶剂效应。客户反馈的分离度以及峰形不好的问题，可通过降低进样量或使用 50% 甲醇作为样品溶剂来改善。

报告人: Lucy

审核人: Tim

日期: 2024/08/22

