

测试报告

样品信息			
样品名称	阿卡波糖杂质 H	编号	20230207-049
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2023/02/14	测试期间	2023/02/20-02/24
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	阿卡波糖、阿卡波糖杂质 B、阿卡波糖杂质 D、阿卡波糖杂质 H		
参考标准			
参考标准	/	标样	有
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱串联质谱仪	仪器型号	Waters Acquity-Xevo TQ-S micro

● 色谱条件:

色谱柱:	Ultimate® XB-NH2 (4.6×150 mm,5 μm)
流动相:	乙腈/水=70/30
检测器:	质谱和紫外检测器 (210nm)
柱温:	35℃
流速:	0.6 mL/min
进样量:	1 μL
注意事项:	/

● 流动相的配置:

/

● 样品溶液的配置:

杂质 B: 取 5μL 的 1 mg/mL 的杂质 B, 加 4.995 mL 的水, 混匀即得 1 μg/mL 的杂质 B;

杂质 D: 取 10μL 的 2 mg/mL 的杂质 D, 加 9.99 mL 的水, 混匀即得 1 μg/mL 的杂质 D;



杂质 H 样品：取 30 μL 的 3 mg/mL 的杂质 H 样品，加 0.97 mL 的水，混匀即得 0.1 mg/mL 的杂质 H 样品；

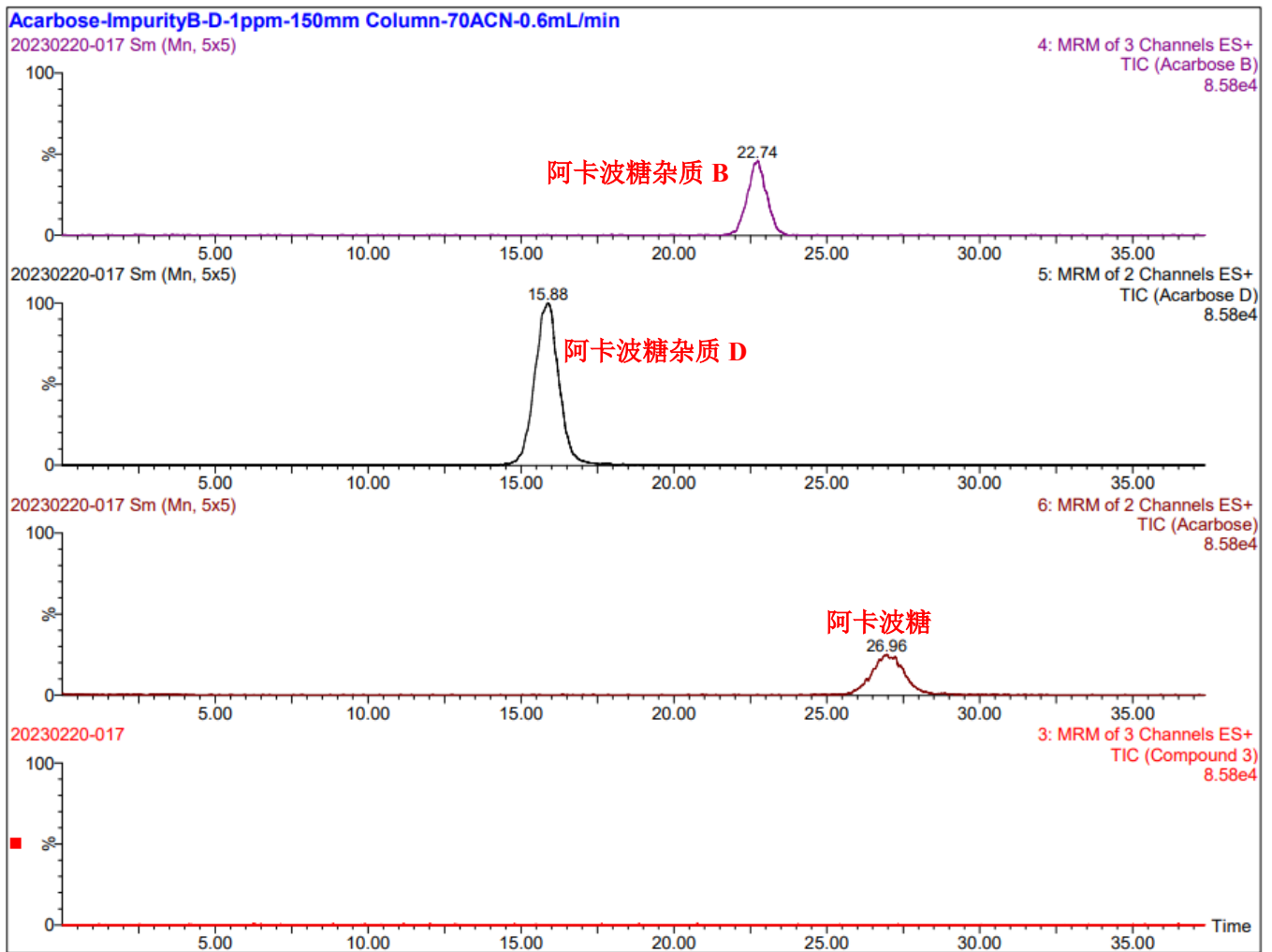
再取 10 μL 的 0.1 mg/mL 的杂质 H 样品，加 0.99 mL 的水，混匀即得 1 $\mu\text{g/mL}$ 的杂质 H 样品；

阿卡波糖：取 50 μL 的 20 mg/mL 的阿卡波糖，加 0.975 mL 的水，混匀即得 1 mg/mL 的阿卡波糖；再取 5 μL 的 1 mg/mL 的阿卡波糖，加 4.995 mL 的水，混匀即得 1 $\mu\text{g/mL}$ 的阿卡波糖；

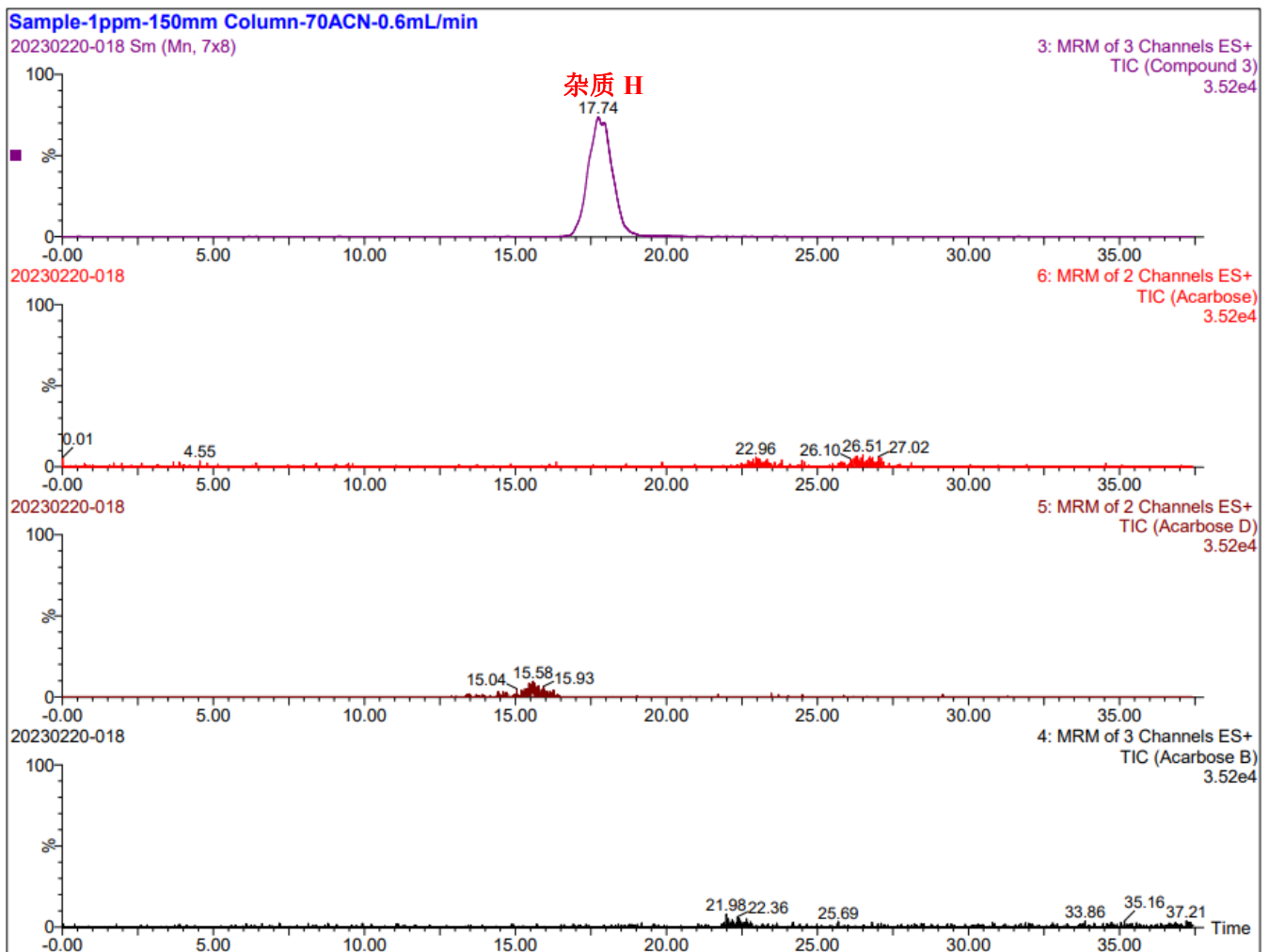
混标：取 0.1 mg/mL 的标品各 5 μL ，加 0.98 mL 的水，混匀即得 1 $\mu\text{g/mL}$ 的混标；取 70 μL 的 1mg/mL 的杂质 B、35 μL 的 2mg/mL 的杂质 D、23 μL 的 3mg/mL 的杂质 H 样品和 3.5 μL 的 20mg/mL 的阿卡波糖，加 68.5 μL 的水，混匀即得 350 $\mu\text{g/mL}$ 的混标；

● 谱图和数据

(1) 标准品杂质 B、杂质 D 和阿卡波糖的混标的质谱图；

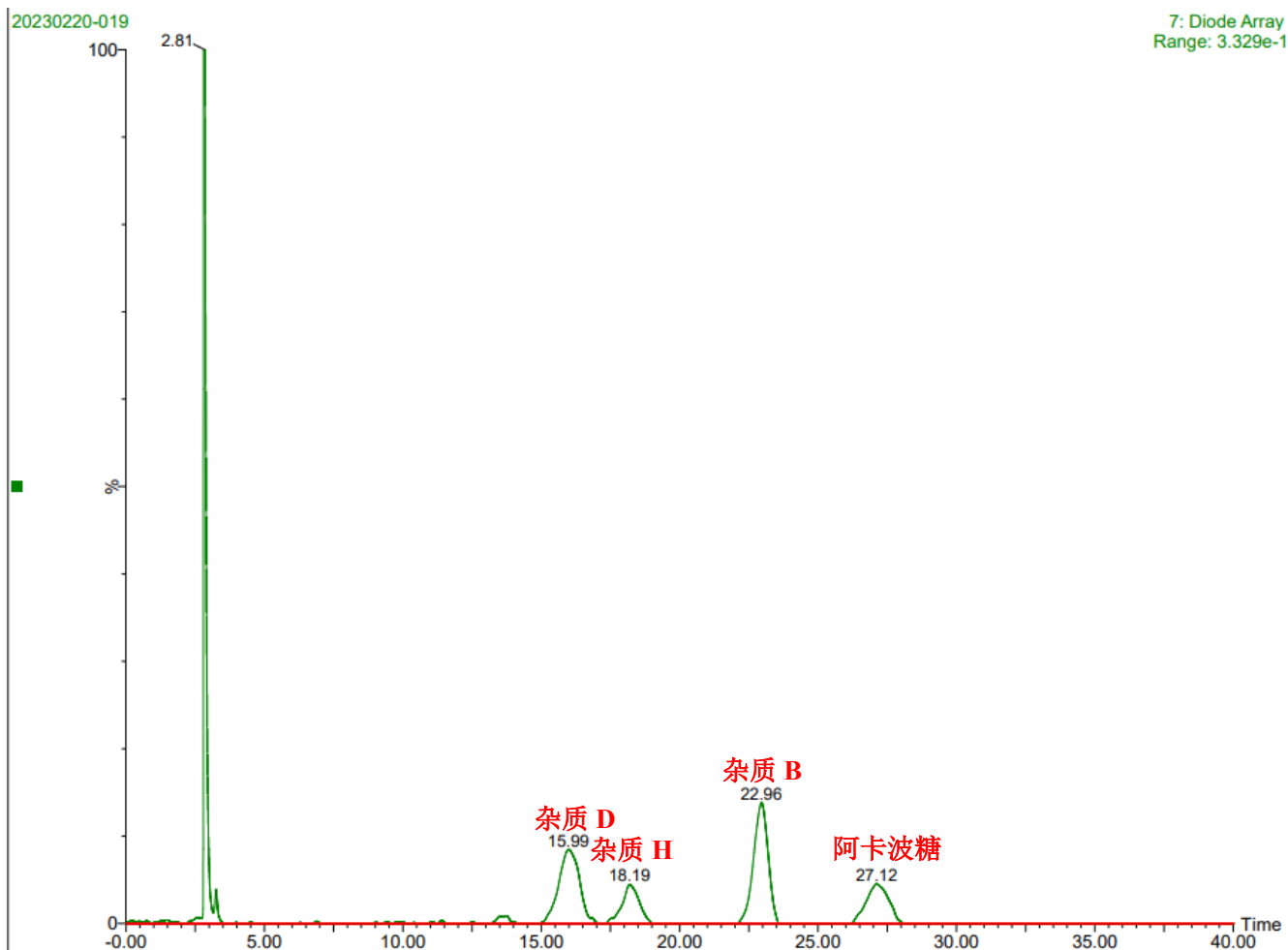


(2) 杂质 H 样品质谱图：



(3) 标准品杂质 B、杂质 D、杂质 H 样品和阿卡波糖的混标的紫外色谱图；





结论:

使用 Ultimate® XB-NH2 (4.6×150 mm, 5 μm) 色谱柱在 70% 乙腈的流动相中，阿卡波糖杂质 B、杂质 D、杂质 H 和阿卡波糖能达到很好的分离，且通过质谱和紫外检测器结合能够验证杂质 H 样品中的杂质 H。

报告日期：2023.02.28

