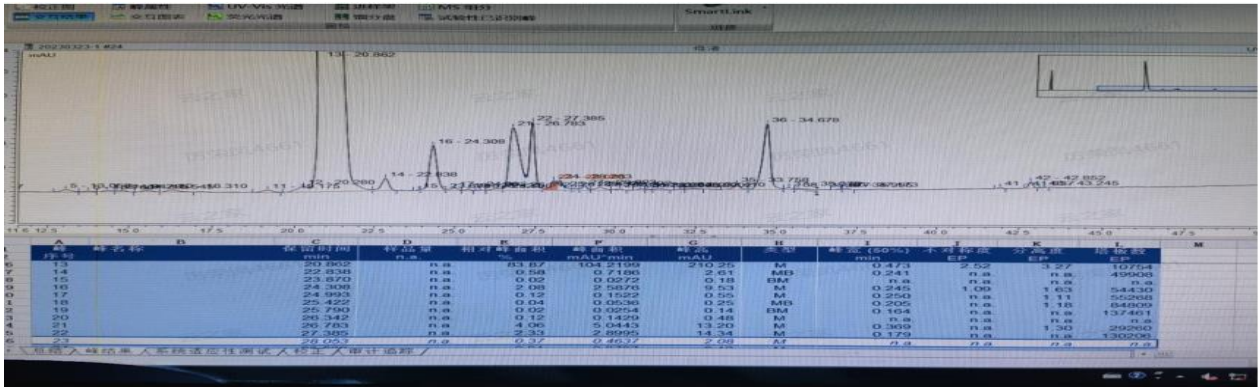


分离纯化报告

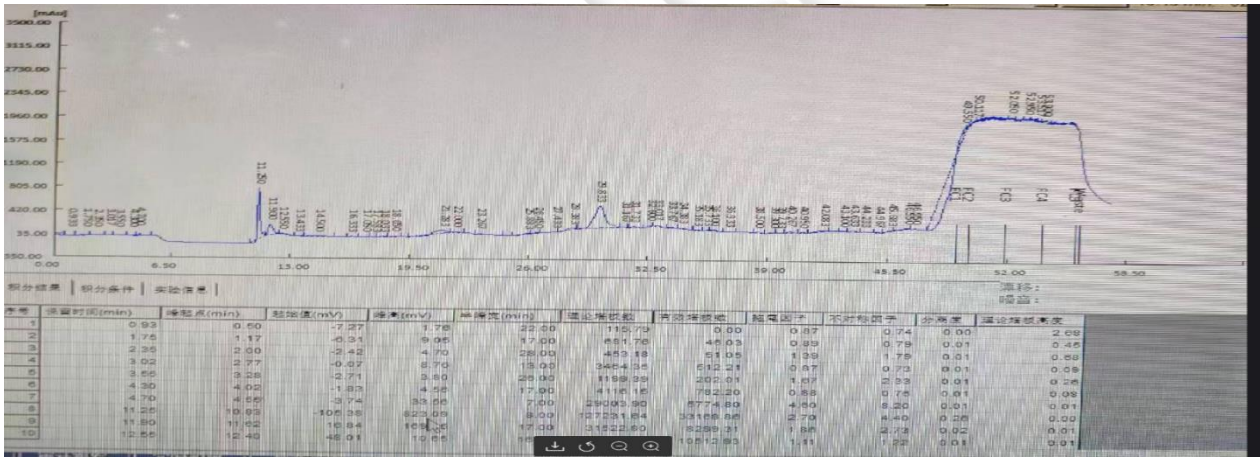
样品信息			
样品名称	样品 A	项目编号	20230403-248
样品性状	液体	样品重量	100mg
收样日期	2023.04.03	测试期间	2023.05.20-2023.05.20

目标物信息

客户分析图谱如下图所示：



客户制备图谱如下图所示：



目标物保留时间	20.862min (API) 20.783min (目标杂质)	面积归一化含量 (220nm)	85%(API)
---------	-------------------------------------	--------------------	----------

实验要求

要求纯化后，关注目标杂质 2%-3%，纯化后要求主峰纯度 98%以上，目标杂质小于 0.03%

试剂信息

试剂名称	级别	供应商
------	----	-----

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。

Address: 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

Address: 浙江省金华市婺城区双林南街 168 号

Address: 江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel: 400-810-6969



色谱乙腈	色谱级/制备级	月旭
乙酸	AR	麦克林
纯水	超纯水	月旭
仪器信息		
仪器名称	仪器型号	仪器厂家
制备型高效液相色谱仪	Sail 1000	月旭
分析型高效液相色谱仪	LC-20AD	岛津

1. 试验过程

1.1. 方法重现

取客户提供样品，融化后，按照以下色谱分析方法进行分析：

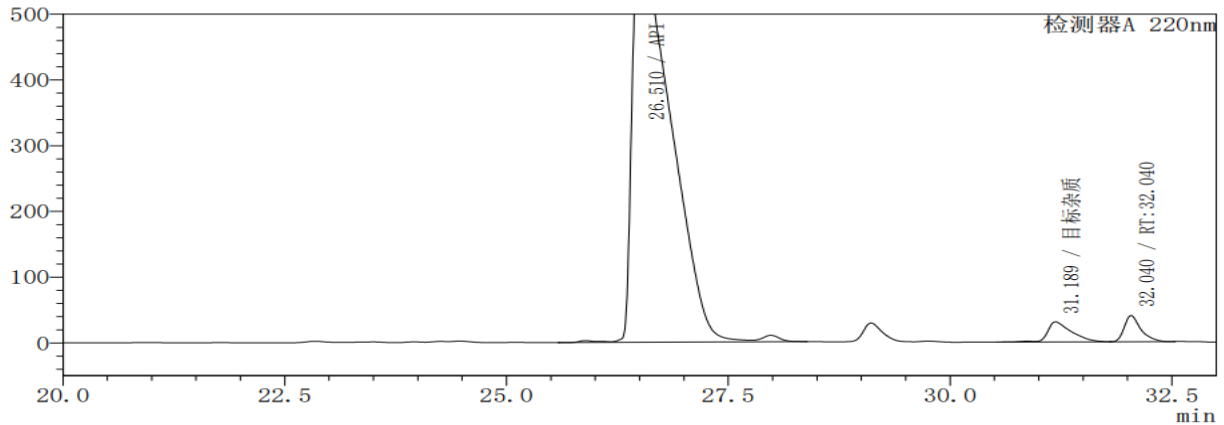
色谱柱	Ultimate XB-C18 4.6×250mm, 5μm		
流动相 A	高氯酸和氯化钠溶液（称取氯化钠 0.75g 与 1ml 高氯酸，与 1000ml 纯水，溶解混合）		
流动相 B	色谱级乙腈		
流速	1ml/min		
进样量	10μl		
柱温	30℃		
检测波长	220nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	65	35
	15	65	35
	35	50	50
	35.01	20	80
	45	20	80

分析图谱如图 1 所示：



<色谱图>

nV



<峰表>

检测器A 220nm

化合物名	保留时间	面积	面积%	论塔板数(US)	拖尾因子	分离度(USP)
API	26.510	18513900	94.492	14643	2.754	--
目标杂质	31.189	568710	2.903	68958	1.768	6.925
RT:32.040	32.040	510447	2.605	151192	1.434	2.115
		19593058	100.000			

图1 方法重现图谱

结论： 保留时间 26.5min 为目标物， 31.18min 为目标杂质。

1.2. 分离纯化过程

1.2.1. 样品制备

1.2.1.1. 制备-客户方法

取客户提供样品，融化后，取 5ml，即 25mg（C=5mg/ml），按照以下色谱条件进行制备；

色谱柱	Xtimate C18 10×250mm, 10μm		
流动相 A	4.2g 醋酸+4000ml 水		
流动相 B	制备级乙腈		
流速	5ml/min		
进样量	5ml		
柱温	30℃		
检测波长	220nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	80	20
	30	80	20

制备图谱如图 2 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。

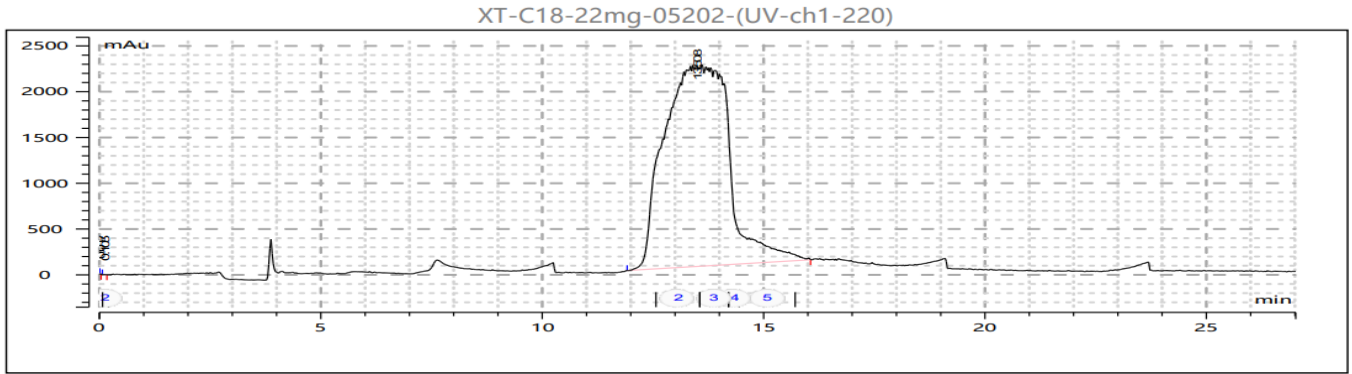
Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园.紫荆园 10 号楼

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





峰列表

No	名称	保留时间 (min)	峰面积 (mAu*s)	峰宽 (min)	半峰宽 (min)	峰高 (mAu)	面积百分比 (%)	峰类型	峰纯度	PDA 匹配名称
1	N.A.	0.017	7.674	0.021	0.014	7.589	0.003	BB	0	
2	N.A.	0.105	15.282	0.038	0.053	5.361	0.007	BB	0	
3	N.A.	13.508	225248.854	1.978	1.716	2207.563	99.990	BB*	0	
4	总计									

图 2 粗品制备图-客户方法

1.2.1.2. 馏分分析-客户方法

取 1.2.2.1 项下制备馏分，按照 1.1 项下的色谱分析方法进行分析，馏分分析图谱如图 3 所示：

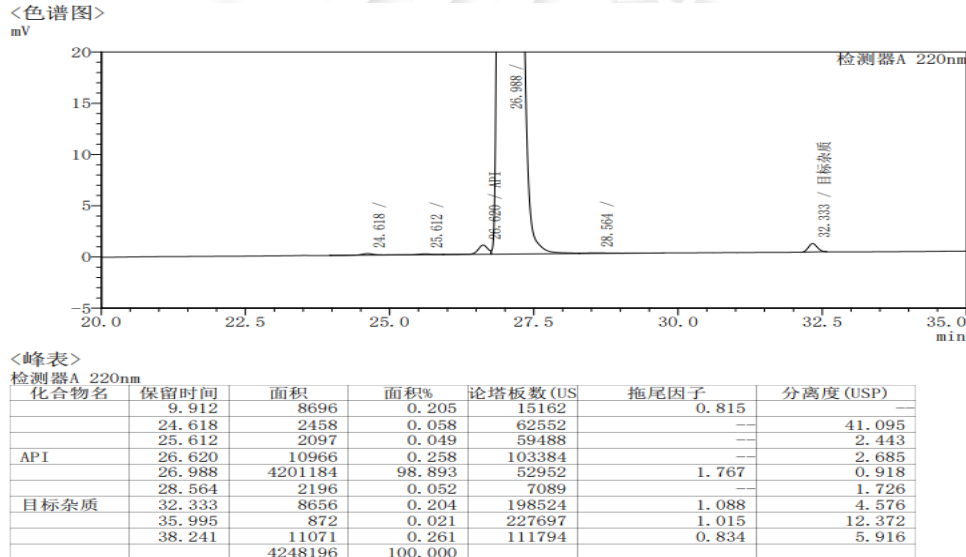


图 3 馏分分析图-客户方法

2. 结论

使用月旭 Xtimate® C18, 10×250mm,10μm 在此色谱条件下进行制备，单针上样量为 25mg 时收集到馏分纯度为 98.89% (220nm),目标杂质(31.189min)成功去除，制备结果符合客户要求。

日期：2023.05.20

