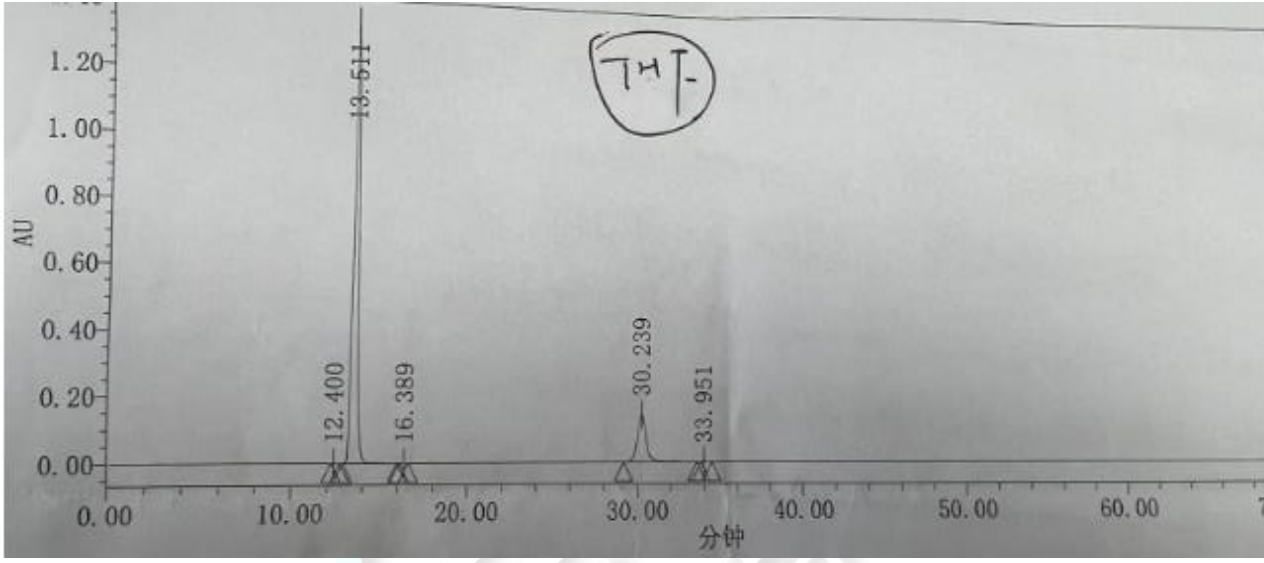


分离纯化报告

样品信息			
样品名称	GH-C8-2	项目编号	NJ-20230719
样品性状	淡黄色粉末	样品重量	1g
收样日期	2023/07/19	测试期间	2023/07/19~2023/07/28
目标物信息			
			
目标物保留时间	杂质 1: 13.511min 杂质 2: 30.239min	面积归一化含量 (220nm, %)	/
实验要求			
杂质 1 和杂质 2 面积归一化含量 95%以上, 重量 100mg			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
甲醇	HPLC	月旭	
异丙醇	HPLC	西格玛	
四氢呋喃	HPLC	麦克林	
仪器信息			
仪器名称	仪器型号	仪器厂家	
制备液相	Sail1000	月旭	
分析液相	Waters e2695	Waters	



1. 试验过程

1.1. 方法重现

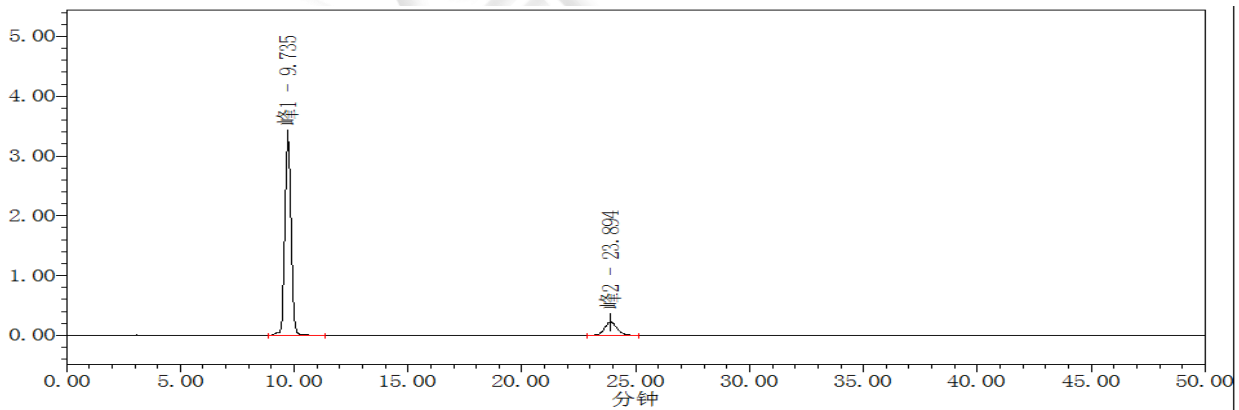
流动相配置：量取 325ml 甲醇+125ml 异丙醇+50ml 四氢呋喃

样品配置：称取 5mg 样品至离心管中，加入 5ml 四氢呋喃进行溶解，即得。

按照以下色谱分析方法进行分析：

仪器信息	Waterse2695		
色谱柱	Ultimate XB-C18(4.6×250mm,5μm)		
批号	60220600298		
序列号	2101.110		
柱压	12MPa		
流动相	325ml 甲醇+125ml 异丙醇+50ml 四氢呋喃		
柱温	室温		
检测波长	254nm		
流速	1ml/min		
进样量	5ul		
洗脱程序	时间	A	B
	0	100	0
	50	100	0

分析图谱如图 2 所示：



峰结果							
名称	保留时间 (分钟)	高度 (微伏)	面积 (微伏*秒)	% 面积	USP 分离度	USP 理论塔板数	USP 拖尾
1 峰1	9.735	3296991	62700647	88.17		6739.90	1.04
2 峰2	23.894	222804	8409804	11.83	18.86	9316.19	1.11

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 9.735min 为杂质 1, 23.894min 为杂质 2。

1.2. 分离纯化过程

1.2.1. 样品制备

样品溶解:把客户寄来的 1g 样品加入 15ml 四氢呋喃进行溶解。

流动相配置:量取 2.6L 甲醇+1L 异丙醇+400ml 四氢呋喃,即得。

制备液相条件如下所示:

仪器信息	Sail 1000		
色谱柱	Ultimate XB-C18(50×250mm,5μm)		
批号	60221001469		
序列号	2101.111		
柱压	8.88MPa		
流动相	2.6L 甲醇+1L 异丙醇+400ml 四氢呋喃		
柱温	室温		
检测波长	254nm		
流速	45ml/min		
进样量	7ml		
洗脱程序	时间	A	B
	0	100	0
	70	100	0

制备图谱如图 4 所示:

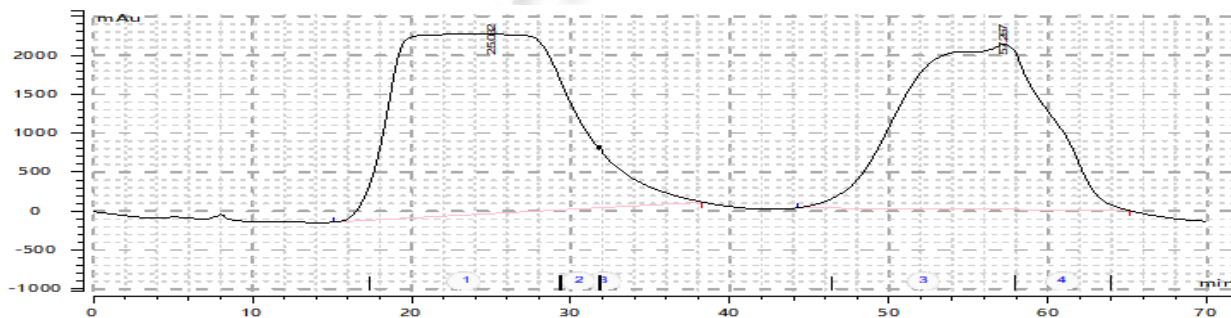


图 4 粗品制备图

经过制备，收集到杂质 1 和杂质 2 馏分进行旋干处理。

1.2.2. 杂质分析

将 1.2.1 中旋干的杂质 1、杂质 2 进行液相色谱分析，具体分析条件同“步骤 1.1”一致。分析图谱

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



如图 5、图 6 所示：

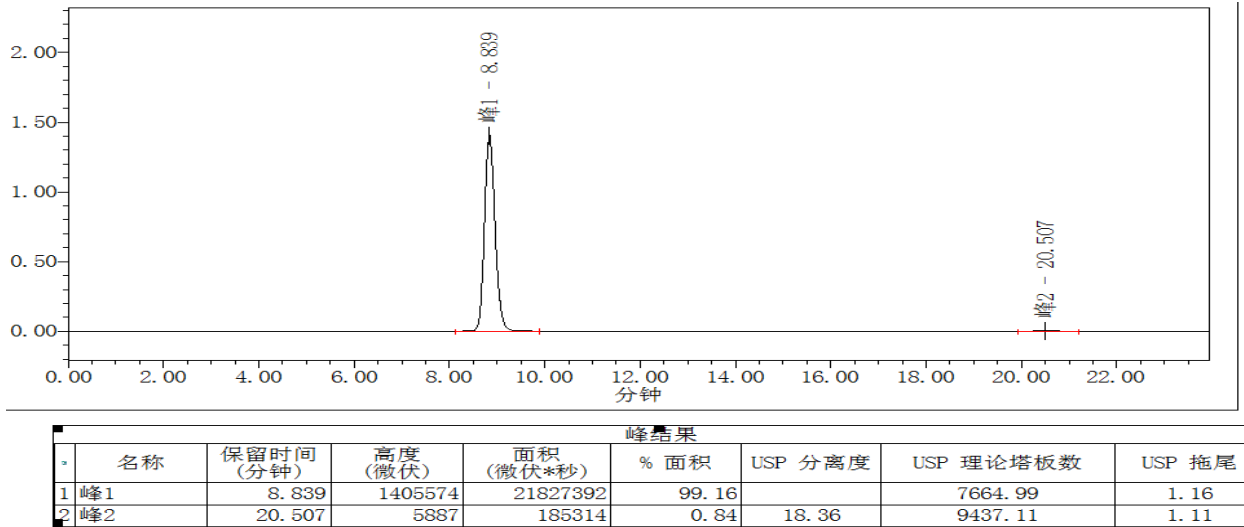


图 5 杂质 1 分析图谱

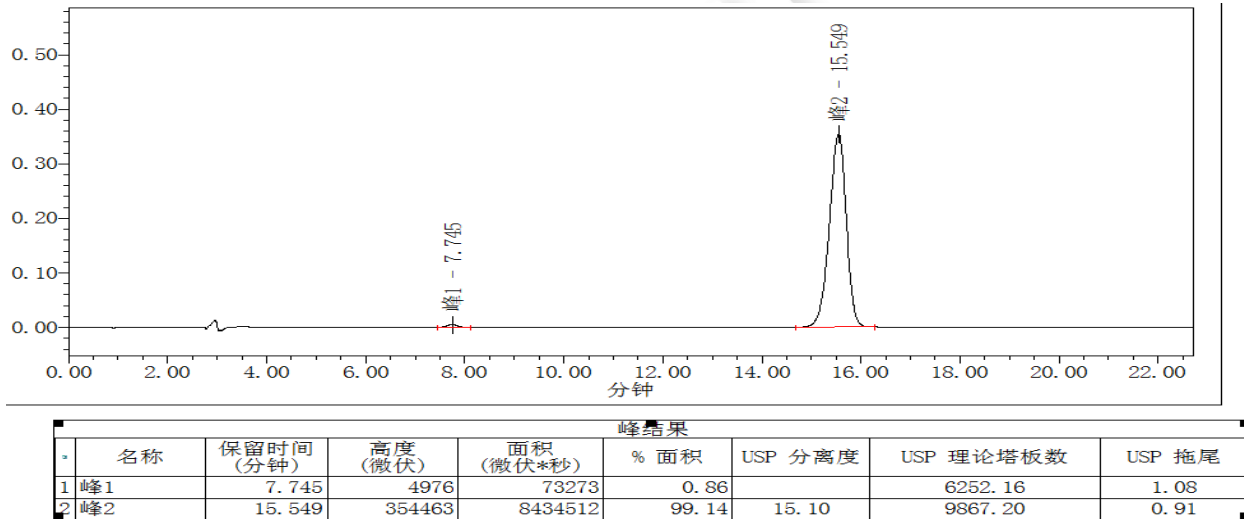


图 6 杂质 2 分析图谱

结论：由图可见杂质 1 制备液面积归一化含量为 99.16%（254nm），杂质 2 制备液面积归一化含量为 99.14%（254nm）纯度符合客户要求。

2. 结论

使用月旭 Ultimate® XB-C18（50×250mm,5μm）在此色谱条件下进行制备，杂质 1 称重 639mg，面积归一化含量为 99.16%（254nm），杂质 2 称重 95mg，面积归一化含量为 99.14%（254nm），满足客户要求。

报告人：Mia

审核人：Jim

日期：2023/7/29

