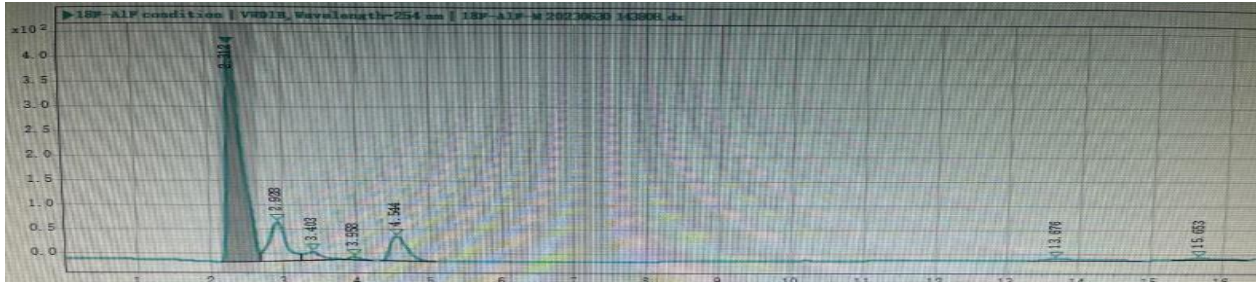


分离纯化报告

样品信息			
样品名称	小分子药物	项目编号	202230619-512
样品性状	油状	样品重量	100mg
收样日期	2023/06/29	测试期间	2023/06/29~2023/07/28
目标物信息			
			
目标物保留时间	杂质 1: 2.312min 杂质 2: 4.544min	面积归一化含量 (220nm, %)	杂质 1: 70.7% 杂质 2: 8.9%
实验要求			
分离杂质 1、杂质 2，面积归一化含量在 95%以上			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
甲酸	AR	西亚试剂	
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	Waters e29695	Waters	
制备液相	Sail1000	月旭	

1. 试验过程

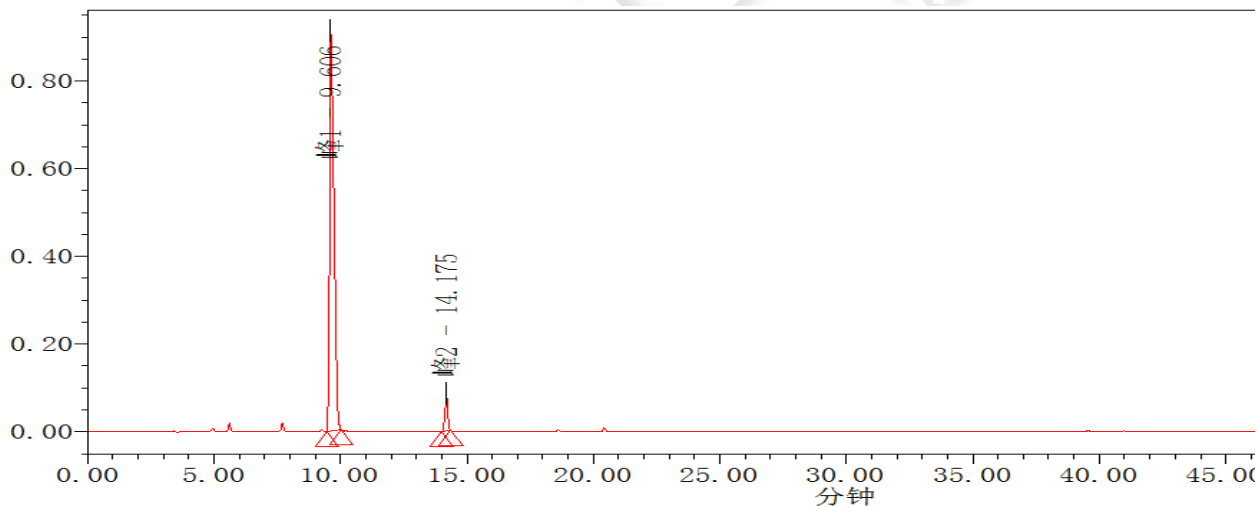
1.1. 方法开发

取适量样品，置于 2mL 离心管中，加入适量乙腈和水溶解，过滤至进样小瓶中，按照以下色谱分析方法进行分析：



色谱柱	Ultimate LP-C18 (4.6×150mm, 5μm)		
流动相 A	0.1%甲酸水		
流动相 B	色谱级乙腈		
流速	1ml/min		
进样量	10μl		
柱温	30°C		
检测波长	254/365nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	98	2
	30	50	50
	40	20	80
	41	98	2
	50	98	2

分析图谱如图 2 所示：



名称	保留时间 (分钟)	面积 (微伏*秒)	高度 (微伏)	% 面积	USP 分离度	USP 分离度	USP 拖尾
1 峰1	9.606	11246862	912679	94.91			2.23
2 峰2	14.175	603649	87647	5.09	1.68e+001	16.84	1.31

图 2 方法重现图谱

结论：通过与图 1 进行比较，可以确定 9.606min 为目标物 1，14.175min 为目标物 2。

1.2. 分离纯化过程

1.2.1. 样品制备

称取适量样品，加入纯水和乙腈溶解稀释，过滤，使其浓度为 1mg/ml，制备液相条件如下所示：



仪器	Sail1000		
色谱柱	Ultimate LP- C18 (10×250mm, 5μm)		
流动相 A	0.1%甲酸水		
流动相 B	制备级乙腈		
流速	5ml/min		
进样量	1mL		
柱温	室温		
检测波长	254/365nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	98	2
	30	80	20
	40	20	80
	41	98	2
	50	98	2

制备图谱如图 4 所示：

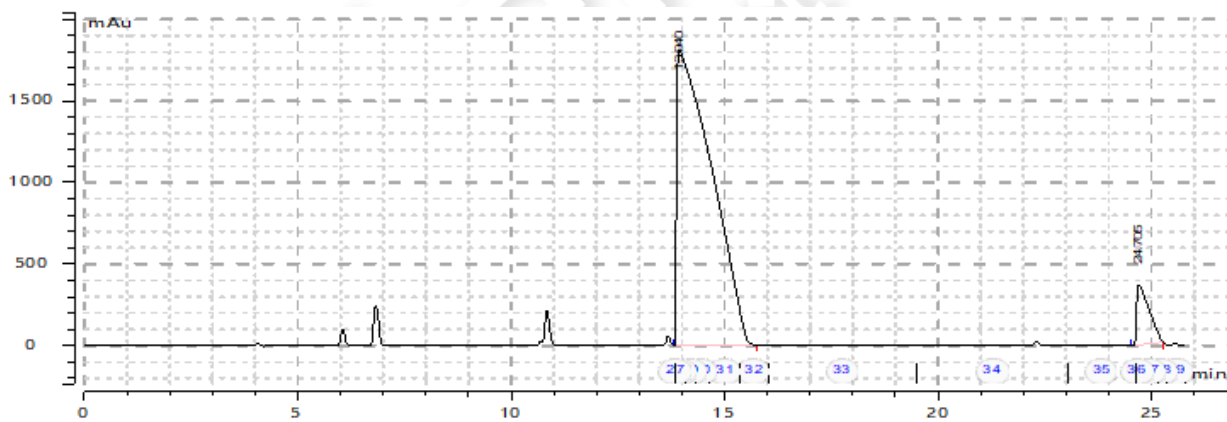


图 3 粗品制备图

经过制备，收集到目标馏分 1 和馏分 2。

1.2.2. 杂质分析

将 1.2.1 中冻干的杂质进行液相色谱分析，具体分析条件同“步骤 1.1”一致。分析图谱如图 4、图 5 所示：



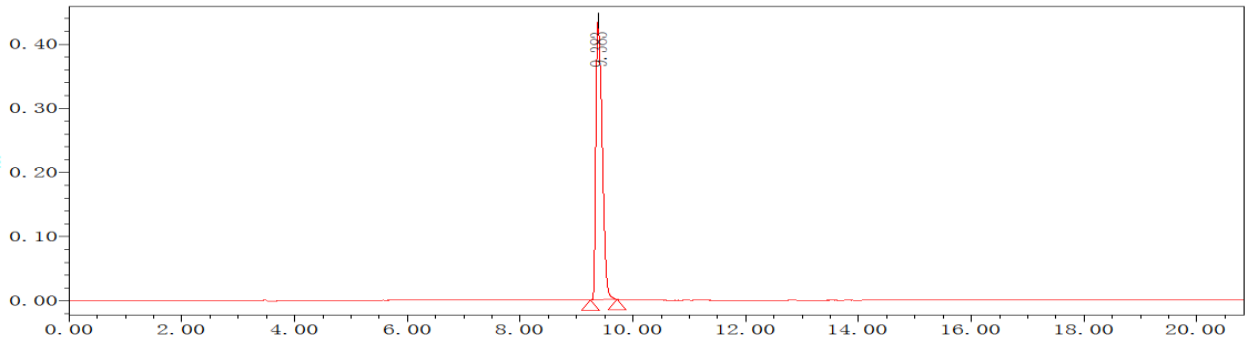


图 4 杂质 1 制备液分析图谱

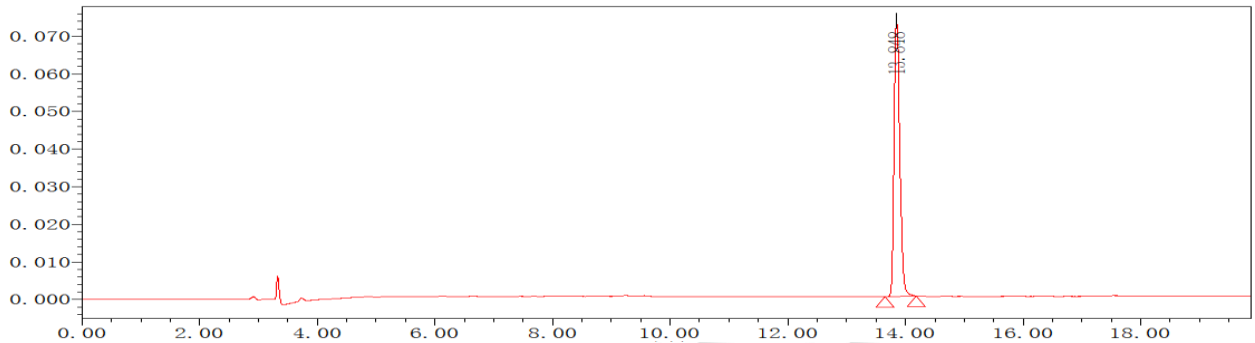


图 5 杂质 2 制备液分析图谱

结论：由图可见制备液杂质 1、杂质 2 面积归一化含量均为 100%（254/365nm），纯度符合客户要求。

2. 结论

使用月旭 Ultimate® LP-C18, (10×250mm,5μm)在此色谱条件下进行制备，单针上样量为 2mg 时，制备收集到的目标物 1 和目标物 2 纯度均为 100%（254/365nm），制备结果满足客户要求。

报告人：Mia

审核人：Jim

日期：2023/7/31

