

分离纯化报告

样品信息			
样品名称	小分子化药	项目编号	SHGZL-20231026-001
样品性状	黄色液体	样品重量	20mg
收样日期	2023/10/30	测试期间	2023/10/30~2023/11/02
目标物信息			
			
目标物保留时间	杂质 1: 12.1min 杂质 2: 23.17min	面积归一化含量 (220nm, %)	/
实验要求			
单针上样量（色谱柱规格）、纯度、交付量等			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
甲酸	AR	西亚试剂	
乙腈	HPLC	月旭	
纯水	二级	月旭	
仪器信息			
仪器名称	仪器型号		仪器厂家
分析液相	Waterse2695		Waters
制备液相	Welprep 2000		月旭



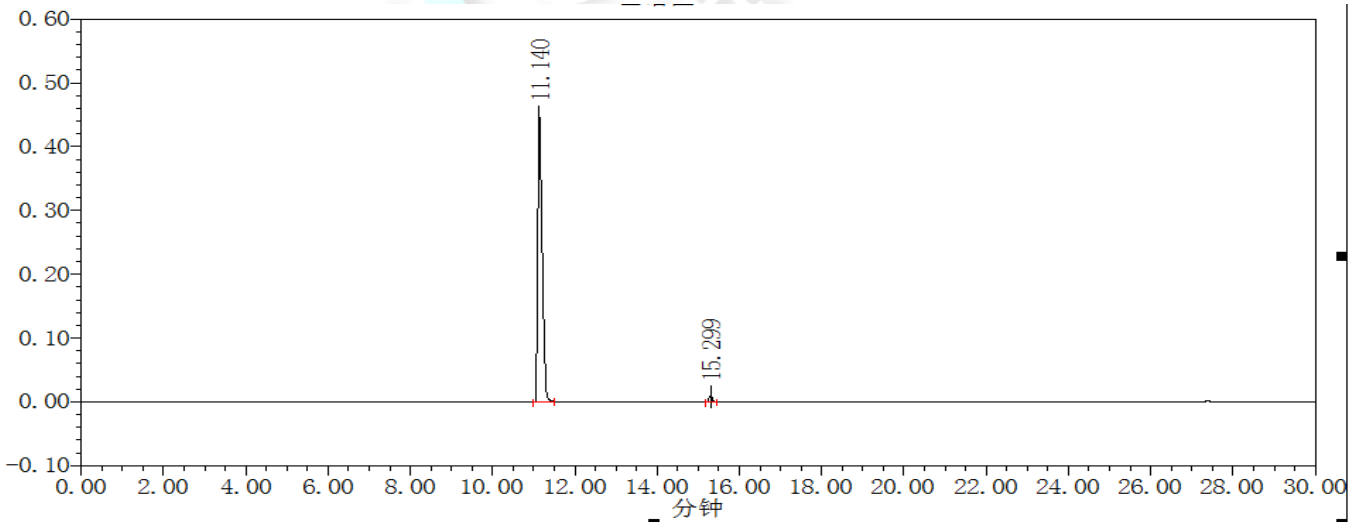
## 1. 试验过程

### 1.1. 方法验证

取 100ul 客户寄来的样品至分析小瓶中，加纯水稀释到 1ml，即得。

色谱柱	Ultimate LP-C18 (4.6×250mm, 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	5μl		
柱温	30°C		
检测波长	254nm		
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：



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	11.140	447084	3342005	98.41				
2	15.299	9323	54094	1.59				

图 2 方法验证图谱



结论：通过与图 1 进行比较，可以确定 11.140min 为目标物 1,15.2min 为目标物 2。

## 1.2. 分离纯化过程

### 1.2.1. 样品制备

取 100ul 客户寄来的样品至分析小瓶中，加纯水稀释到 1ml，即得,制备液相条件如下所示：

仪器	Welprep 2000		
色谱柱	UltimateLP- 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	254nm		
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 3 所示：

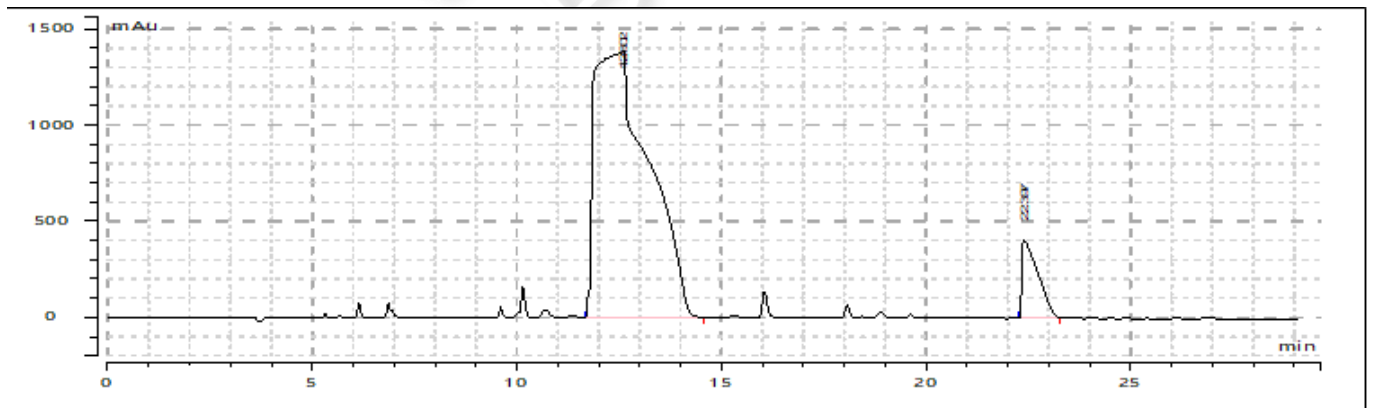


图 3 粗品制备图

## 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, 制备结果满足客户要求。

报告人:Mia

审核人: Jim

日期:2023/11/02

