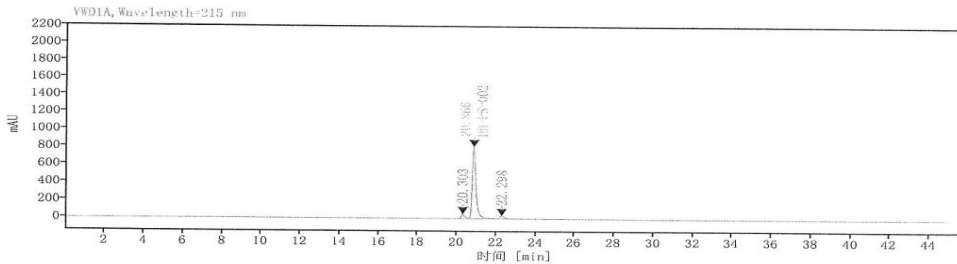


## 分离纯化报告

样品信息			
样品名称	HB-PS-002-LX28-rac-FBPA-240911-2	项目编号	20240923-943
样品性状	白色固体	样品重量	200mg
收样日期	2024/09/27	测试期间	2024/09/27-2024/09/30

## 目标物信息

客户分析图谱：



信号: VWD1A, Wavelength=215 nm

名称	相对保留时间	保留时间 [min]	峰面积	峰面积%	峰高	分离度 USP	拖尾因子	理论塔板数 USP
	0.973	20.303	620.258	5.224	49.635		1.358	66491
HB-PS-002	1.000	20.866	10755.935	90.590	810.553	1.795	1.485	71154
	1.069	22.298	496.995	4.186	31.799	4.120	1.306	54273
		总和	11873.19	100	891.99			

图 1 客户分析图谱

目标物保留时间	API: 20.8min	面积归一化含量 (215nm, %)	90.5%
---------	--------------	--------------------	-------

## 实验要求

筛选合适填料和流动相，开发制备工艺，要求制备纯度 $\geq 99\%$ ，主峰前杂质 $\leq 0.05\%$ ，主峰后杂质小于等于 0.1%。

## 试剂信息

试剂名称	级别	供应商
氨水	AR	阿拉丁
乙腈	色谱级	月旭
乙腈	制备级	月旭
TFA	AR	阿拉丁
纯水	一级	月旭
磷酸	AR	麦克林

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

第 1 页 共 5 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500



仪器信息		
仪器名称	仪器型号	仪器厂家
分析型液相色谱仪	LC-20AD	岛津
制备型液相色谱仪	Sail 1000	月旭

## 1. 试验过程

### 1.1. 方法重现

称取 15mg 样品，置于 5mL 离心管中，加入 1ml 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 PFP 4.6×250mm, 5μm		
流动相 A	0.02%磷酸+0.02%氨水+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	215nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	95	5
	30	95	5

分析图谱如图 2 所示：

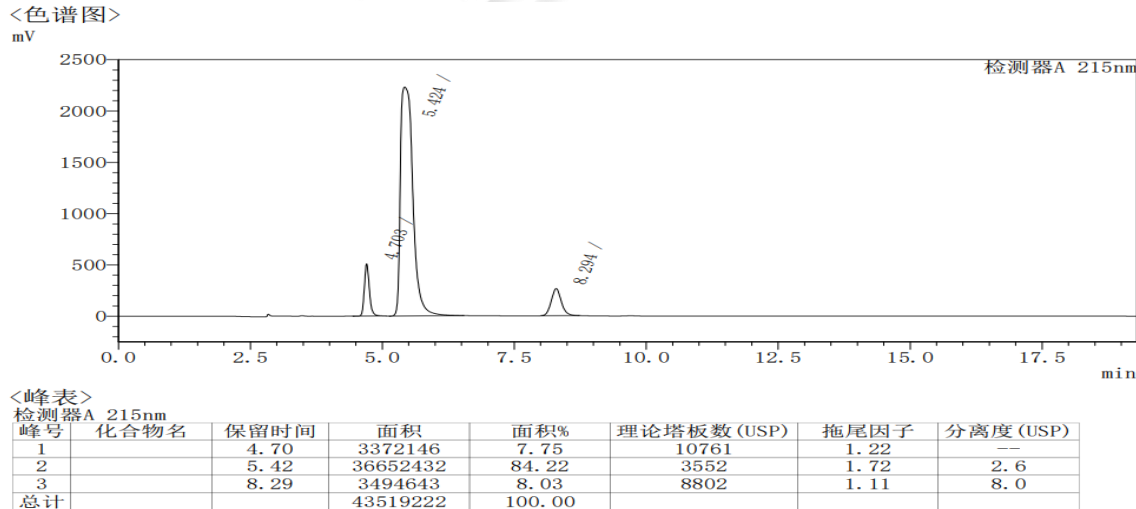


图 2 方法重现图谱



结论：通过与图 1 进行比较，可以确定 5.42min 为目标物。

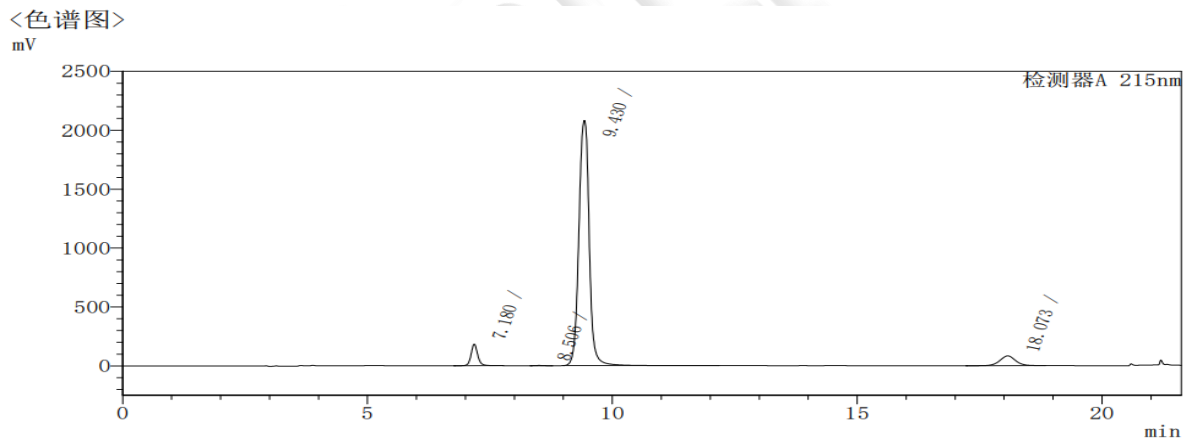
## 1.2. 分离纯化过程

### 1.2.1. 方法开发

取 1.1 项下的进样小瓶进行分析：

色谱柱	Ultimate AQ-C18 4.6×250mm, 5μm		
流动相 A	0.002%TFA+0.002%氨水+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	215nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	98	2
	30	98	2

分析图谱如下图 3 所示：



<峰表>  
检测器A 215nm

峰号	化合物名	保留时间	面积	面积%	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1		7.18	1714550	5.02	13616	1.13	—
2		8.51	21570	0.06	16245	1.07	5.2
3		9.43	30599974	89.58	11160	1.01	3.0
4		18.07	1822788	5.34	15841	1.04	18.6
总计			34158883	100.00			

图 3 方法开发图谱

### 1.2.2. 样品制备

称取 170mg 样品，加入 5ml 纯水溶解稀释，过滤，使其浓度为 34mg/ml，制备液相条件如下所示：

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

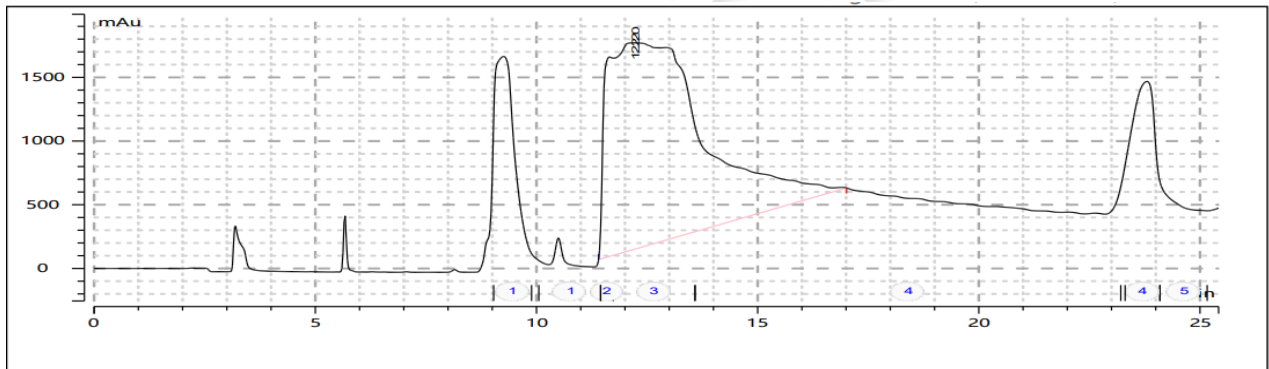
Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969



仪器	Sail 1000		
色谱柱	Ultimate AQ-C18 21.2×250mm, 5μm		
流动相 A	0.002%TFA+0.002%氨水+水		
流动相 B	制备级乙腈		
流速	20ml/min		
进样量	170mg		
柱温	室温		
检测波长	215nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	98	2
	30	98	2

制备图谱如图 4 所示：



峰列表

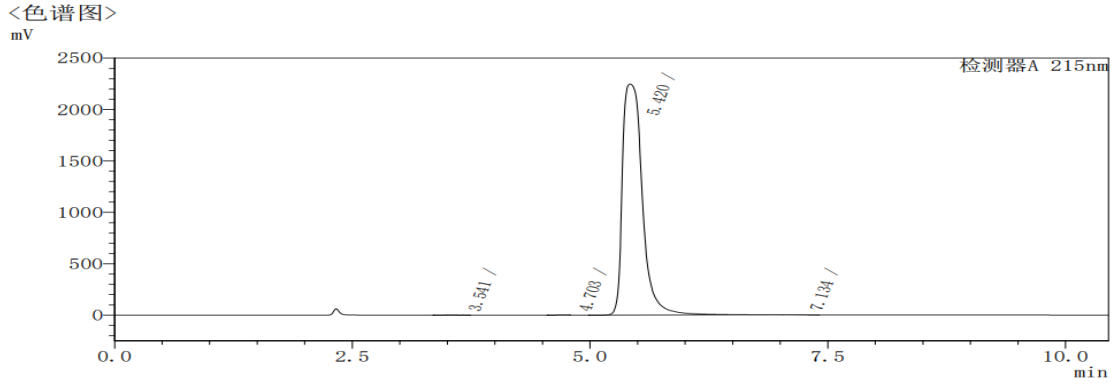
图 4 粗品制备图

经过制备，将馏分分段收集到馏分瓶中，待分析合格后冻干。

### 1.2.3. 杂质分析

将 1.2.2 中收集到的馏分 2-4 取样合并至进样小瓶中进行液相色谱分析，具体分析条件同“步骤 1.1”一致。分析图谱如图 5 所示：





<峰表>  
检测器A 215nm

峰号	化合物名	保留时间	面积	面积%	理论塔板数(USP)	拖尾因子	分离度(USP)
1		3.54	7377	0.02	6211	1.31	—
2		4.70	6768	0.02	15627	1.01	7.0
3		5.42	32710364	99.93	4440	1.56	3.0
4		7.13	9023	0.03	10600	1.44	5.7
总计			32733532	100.00			

图5 制备液分析图谱

结论：由图可见制备液 2-4 面积归一化含量为 99.93%（215nm），主峰前杂质小于 0.05%，主峰后杂质小于 0.1%，纯度符合客户要求。

## 2. 结论

使用月旭 Ultimate® AQ-C18, 21.2×250mm,5μm 在此色谱条件下进行制备，单针上样量为 170mg 时，制备收集到的目标物纯度为 99.93%（215nm），主峰前杂质小于 0.05%，主峰后杂质小于 0.1%，纯度符合客户要求。

报告人:Ada

审核人: Jim

日期: 2024/09/30

