

## 分离纯化报告

样品信息			
样品名称	杂质对照品的制备	项目编号	20241118-1083
样品性状	固体粉末	样品重量	10g
收样日期	2024/11/20	测试期间	2024/11/20~2024/12/6

### 样品结构信息



### 目标物信息

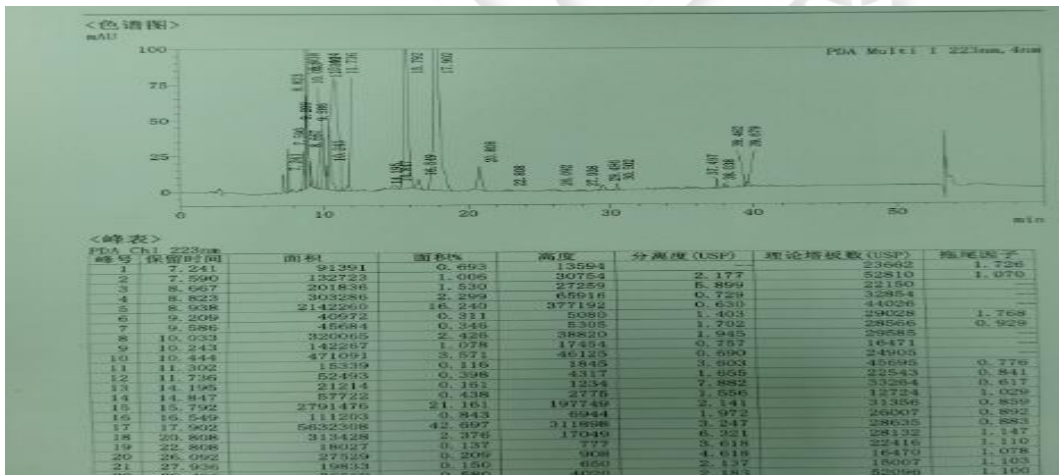


图 1

目标物保留时间	目标杂质：8.938min	面积归一化含量 (223nm, %)	16.24%
实验要求			
制备杂质，杂质纯度 95%以上			
试剂信息			
试剂名称	级别		供应商
磷酸氢二钠	AR		沪试
氢氧化钠	AR		阿拉丁



乙酸铵	AR	GENERAL-REAGENT
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	Waters e2695	Waters
制备液相	Sail1000	月旭

## 1. 试验过程

### 1.1. 方法重现

样品配置：配置 1mg/ml 的样品，稀释剂：20%乙腈水溶液，按照以下色谱分析方法进行分析：

仪器信息	Waters e2695		
色谱柱	Xtimate C18 (4.6×250mm,5μm)		
批号	4101.48		
序列号	60240200220		
柱压	10.5MPa		
流动相	A : 5mmol/L 磷酸二氢钠 (1mol/L 氢氧化钠溶液调 pH=6.3) B: 纯乙腈		
柱温	35°C		
检测波长	223nm		
流速	1ml/min		
进样量	10ul		
洗脱程序	时间	A	B
	0	90	10
	5	65	35
	25	65	35
	45	10	90
	50	10	90
	51	90	10
	60	90	10

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 2 页 共 7 页

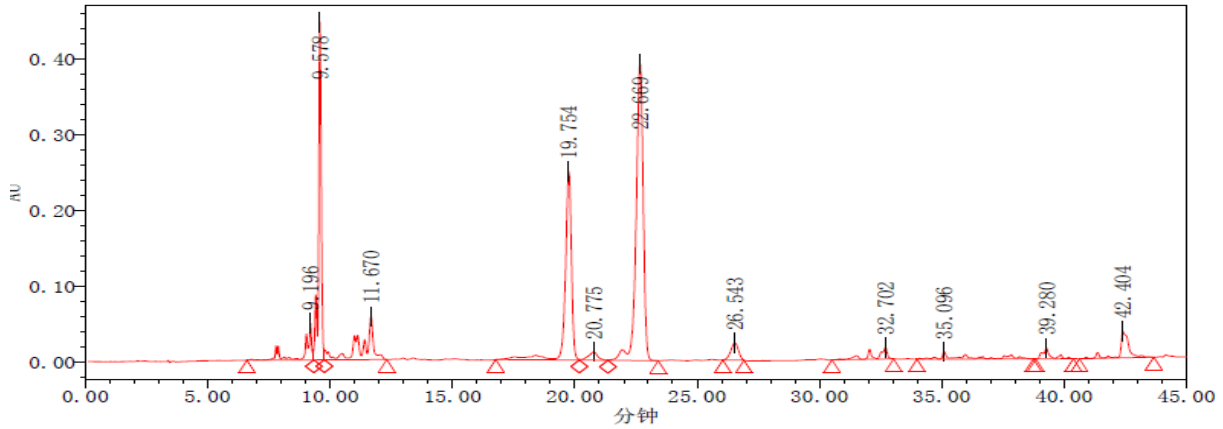
邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500



分析图谱如图 2 所示：



峰结果

名称	保留时间 (分钟)	面积 (微伏*秒)	USP 分离度	USP 理论塔板数	% 面积
1	9.20	836548.80			3.92
2	9.58	3468881.93			16.23
3	11.67	1725927.02			8.08
4	19.75	4486532.16			21.00
5	20.77	288144.01			1.35
6	22.67	7919721.48			37.06
7	26.54	496172.67			2.32
8	32.70	465580.05			2.18
9	35.10	516853.19			2.42
10	39.28	320697.89			1.50
11	42.40	842538.16			3.94

图 2 方法重现图谱

结论：通过与图 1 进行比较，可以确定 9.578min 为目标物。

## 1.2. 分离纯化过程

### 1.2.1. 方法开发

取 1.1 项下的进样小瓶按以下方法进行分析：

仪器信息	Waters e2695		
色谱柱	Xtimate C18 (4.6×250mm,5μm)		
柱压	10.5MPa		
流动相	A : 20mM 乙酸铵 B:纯乙腈		
检测波长	223nm		
流速	1ml/min		
进样量	10ul		
洗脱程序	时间	A	B
	0	90	10

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

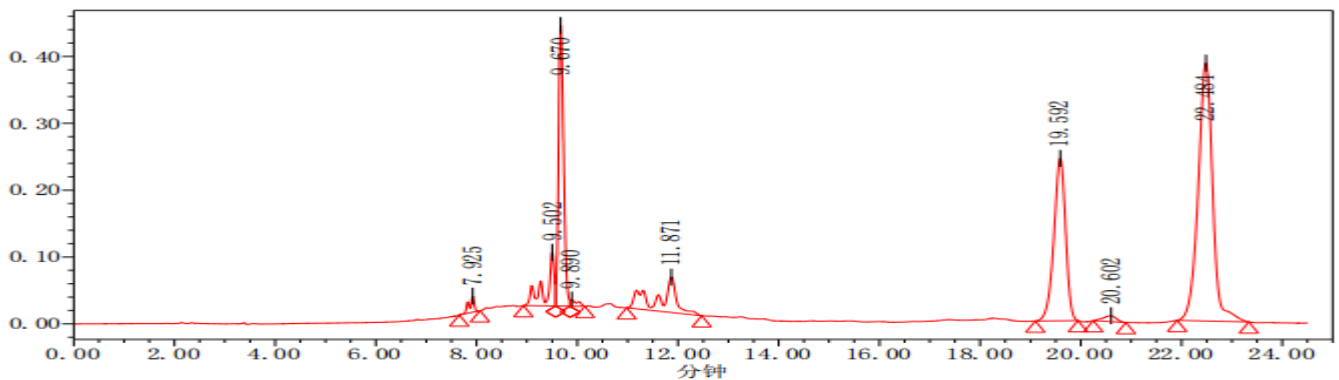
Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969



	5	65	35
	25	65	35
	45	10	90
	50	10	90
	51	90	10
	60	90	10

分析图谱如下图 3 所示：



峰结果

名称	保留时间 (分钟)	面积 (微伏*秒)	USP 分离度	USP 理论塔板数	% 面积
1	7.92	163787.52			0.95
2	9.50	861108.74			5.02
3	9.67	2940483.83			17.13
4	9.89	95969.05			0.56
5	11.87	1313835.06			7.66
6	19.59	3916200.90			22.82
7	20.60	158647.10			0.92
8	22.48	7712163.12			44.94

### 1.2.2. 样品一分制备

样品溶解：把客户样品溶解至 100ml，过滤，使其浓度为 100mg/ml，制备液相条件如下所示：

仪器信息	Sail 1000
色谱柱	Xtimate C18 (50×250mm,10μm)
柱压	3.5MPa
流动相	A : 20mM 乙酸铵 B:纯乙腈
检测波长	223nm
流速	70ml/min
进样量	2ml



洗脱程序	时间	A	B
	0	93	7
	5	70	30
	30	70	30
	30.1	10	90
	36	10	90
	36.1	93	7
	42	93	7

制备图谱如图 4 所示：

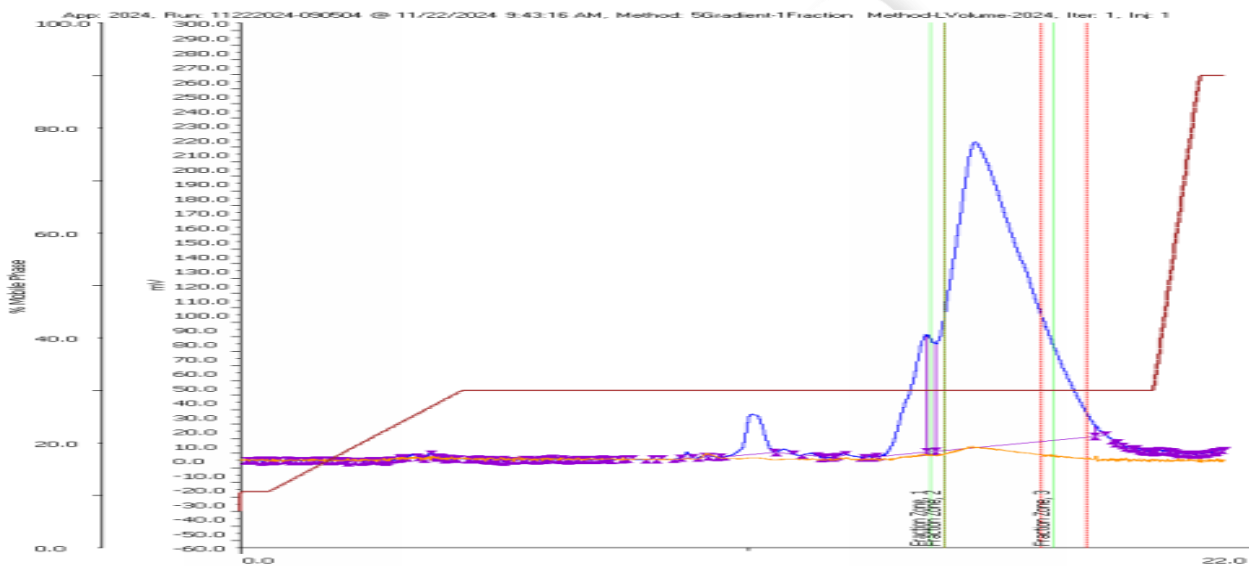
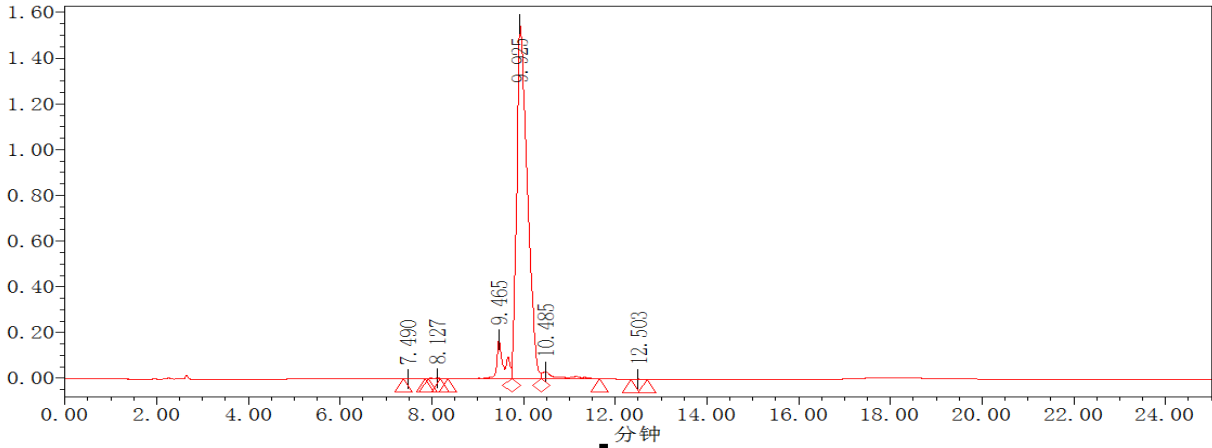


图 4 粗品制备图

经过制备，收集到目标馏分，按方法 1.1 进行分析，分析图谱如下图 5 所示





峰结果					
名称	保留时间 (分钟)	面积 (微伏*秒)	USP 分离度	USP 理论塔板数	% 面积
1	7.49	13533.78			0.05
2	8.13	34834.54			0.13
3	9.47	1938412.54			7.02
4	9.92	24960327.58			90.44
5	10.49	639740.58			2.32
6	12.50	10522.62			0.04

图 5 一分馏分分析图

### 1.2.3. 二分制备

将 1.2.2 中冻干的样品按以下方法进行二分制备

仪器信息	Sail 1000		
色谱柱	UltimateAQ-C18 (21.2×250mm,5μm)		
柱压	3.5MPa		
流动相	A : 20mM 乙酸铵 B:纯乙腈		
检测波长	223nm		
流速	20ml/min		
进样量	2ml		
洗脱程序	时间	A	B
	0	93	7
	5	70	30
	30	70	30
	30.1	10	90
	36	10	90
	36.1	93	7
	42	93	7

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



制备图谱如图 6 所示：

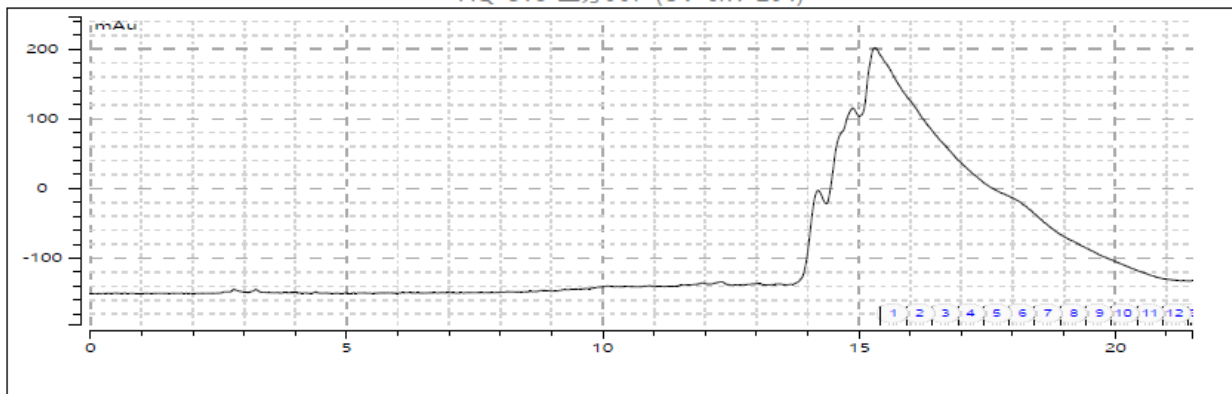
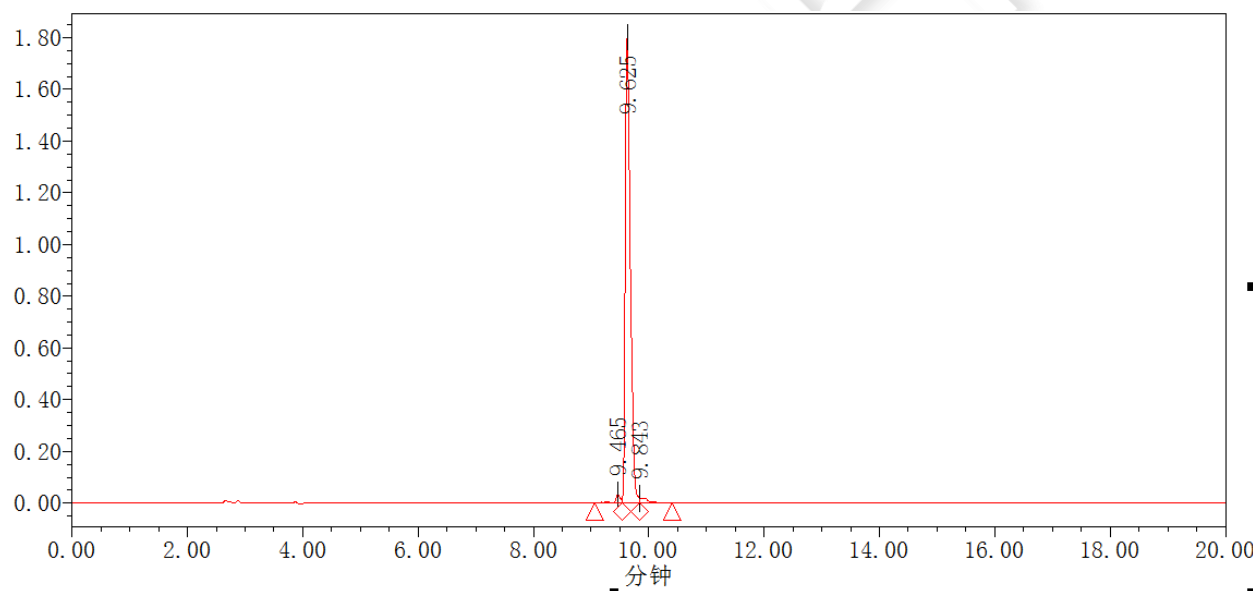


图 6 制备液分析图谱

经过制备，收集到目标馏分，按方法 1.1 进行分析，分析图谱如下图 7 所示



峰结果					
名称	保留时间 (分钟)	面积 (微伏*秒)	USP 分离度	USP 理论塔板数	% 面积
1	9.46	183566.49			1.59
2	9.62	11224844.34			96.96
3	9.84	168337.97			1.45

图 7 纯品分析图谱

## 2. 结论

按以上方法通过两次制备得到目标杂质 789mg，杂质纯度 96.96%（223nm），满足客户要求。

