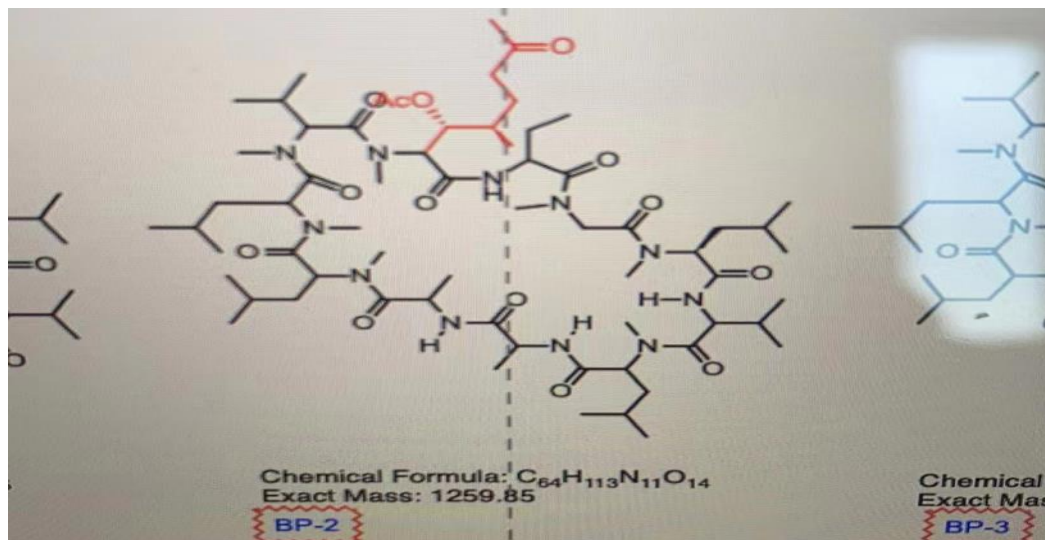


分离纯化报告

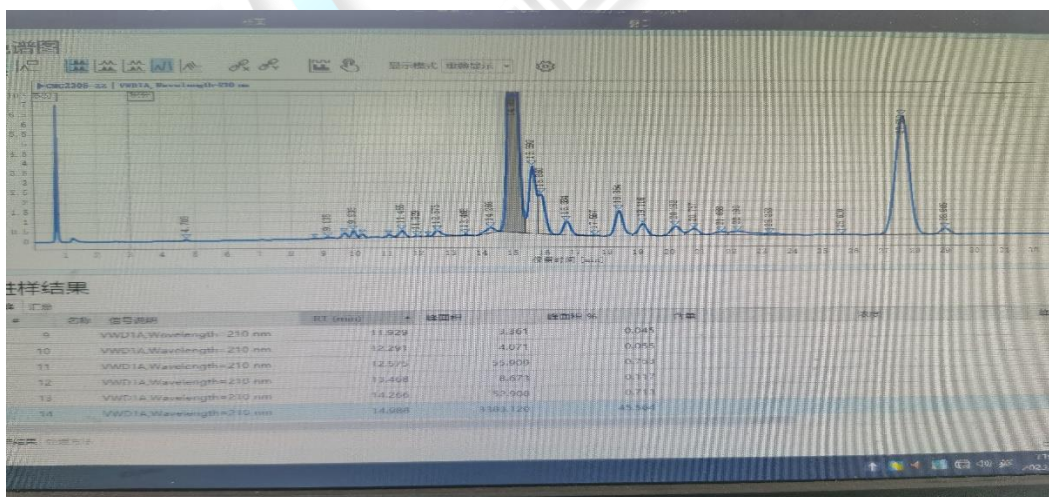
样品信息			
样品名称	CMC2305	项目编号	20230512-376
样品性状	固体	样品重量	88mg
收样日期	2023/05/24	测试期间	2023/05/25-2023/05/30

目标物信息

样品结构:

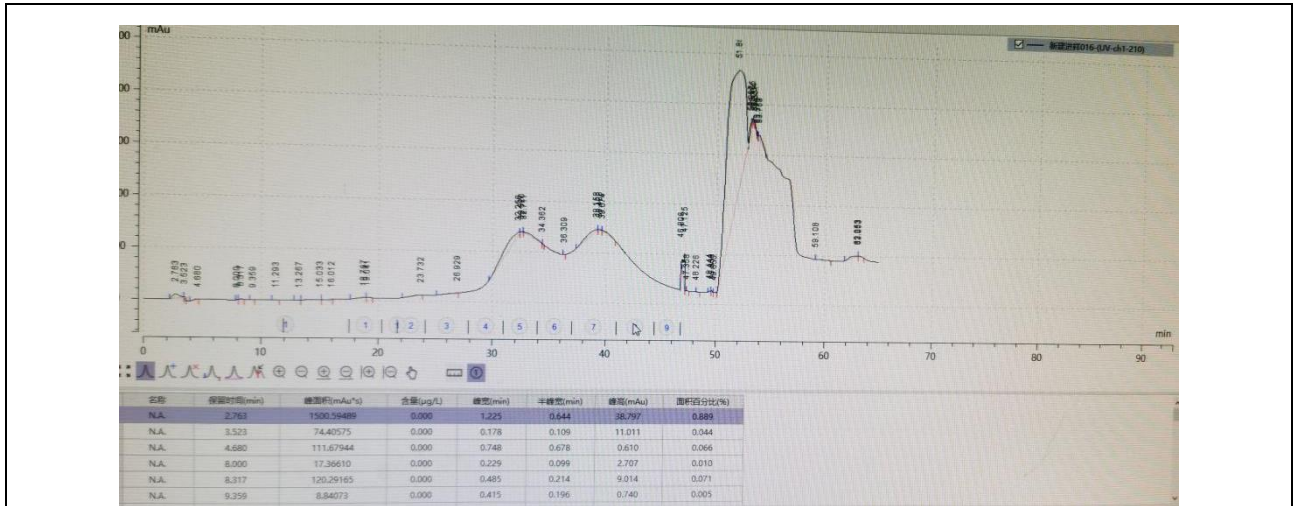


寄样样品分析图:



粗品制备图:





馏分 5.6.7.8 中均含有目标杂质。

目标物保留时间	杂质 1: 14.98min	面积归一化含量 (220nm, %)	45%
实验要求			
要求制备目标杂质			
仪器信息			
仪器名称	仪器型号		仪器厂家
分析液相	U3000		赛默飞
分析液相	WIsys5000		月旭
制备液相	Sail1000		月旭

1. 试验过程

1.1. 方法重现

取 2.95mg 样品，置于 5mL 离心管中，加入 1.4ml 乙腈溶解，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 XT-C18 4.6×150mm, 3μm
流动相 A	0.1%磷酸水
流动相 B	乙腈
流速	1ml/min
进样量	10μl
柱温	60°C
检测波长	210nm

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

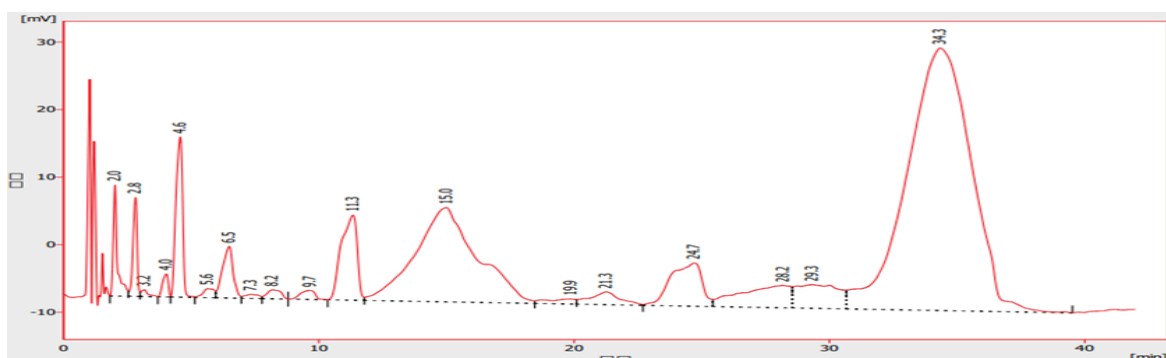
Add:江苏省南京市六合区天圣路 22 号 F 栋 4 楼

Tel:400-810-6969



梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	45	55
	35	37	63
	35.1	45	55
	42	45	55
	0	45	55

分析图谱如图 1 所示：



结果表(不计算 - XT-C18-乙腈+0.1%磷酸水-052502 - 检测器 A)

化合物名称	保留时间 [min]	峰面积 [mV*s]	面积 [%]	不对称因子 [-]	柱效/米 [tp/m]	分离度 [-]	对称/拖尾因子 [-]
1	2.013	185.598	1.5	2.866	25264		2.207
2	2.817	164.387	1.3	0.641	28703	3.074	0.780
3	3.170	19.226	0.2	2.619	15086	0.933	1.886
4	4.027	52.089	0.4	0.529	26238	1.895	0.772
5	4.570	433.103	3.5	0.587	24876	1.131	0.811
6	5.633	41.030	0.3	0.739	13879	1.552	0.826
7	6.488	220.587	1.8	0.657	22205	1.049	0.887
8	7.332	23.142	0.2	1.188	9624	0.799	1.094
9	8.177	51.055	0.4	1.273	17992	0.698	1.169
10	9.650	53.612	0.4	0.537	23100	1.327	0.907

图 1 方法重现图谱

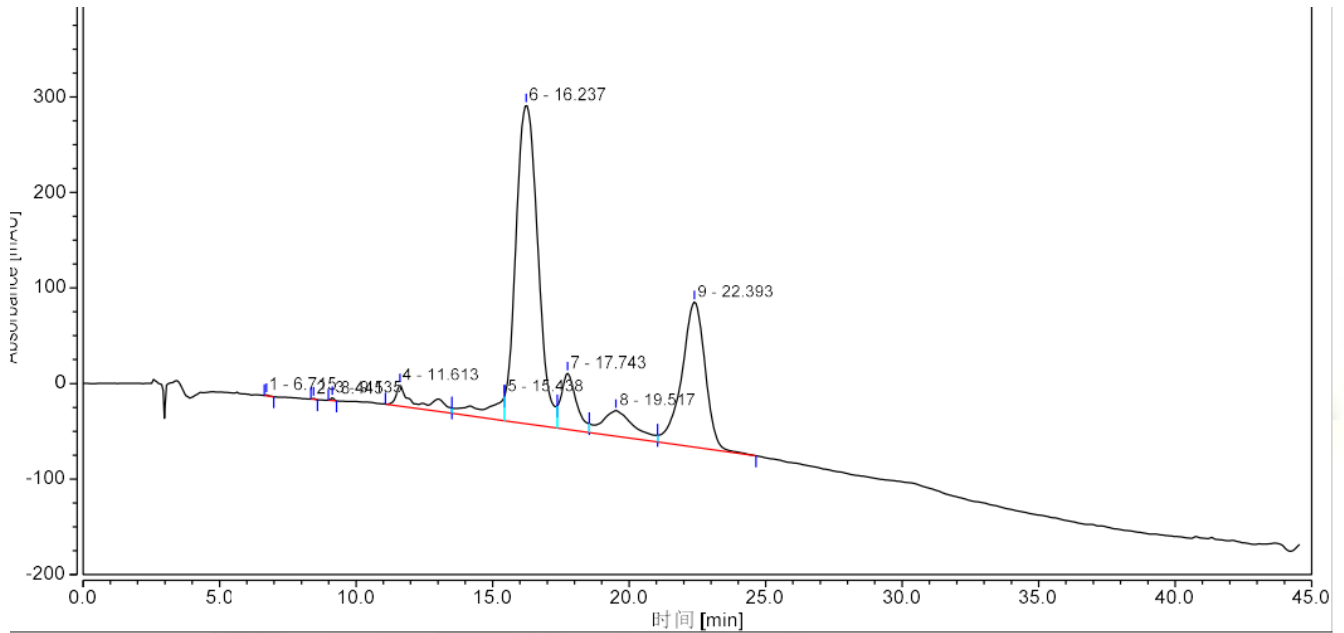
结论：通过与客户图谱进行比较，可以确定 34.3min 为目标物。

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，分析图谱如下图 2 所示：





序号	峰名称	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	相对峰面积 %	分离度 (EP)	塔板数 (EP)	S/N
		6.715	0.104	0.993	0.02	10.68	31670	6.6
		8.445	0.099	0.916	0.02	3.71	37723	6.0
		9.135	0.383	3.078	0.07	6.77	33841	20.3
		11.613	19.757	21.978	3.42	n.a.	7513	145.0
		15.438	20.741	25.637	3.59	n.a.	n.a.	169.2
		16.237	310.234	333.762	53.72	1.19	1893	2202.7
		17.743	38.093	58.902	6.60	1.19	4663	388.7
		19.517	36.750	26.870	6.36	1.67	1589	177.3
		22.393	151.313	152.006	26.20	n.a.	3574	1003.2
总和:			577.474		100.00	25.21		

图 2 方法开发图谱

1.2.2. 样品制备

称取 5mg 样品，加入 2ml 乙腈溶解稀释，过滤，使其浓度为 2.5mg/ml，制备图谱如图 3 所示：

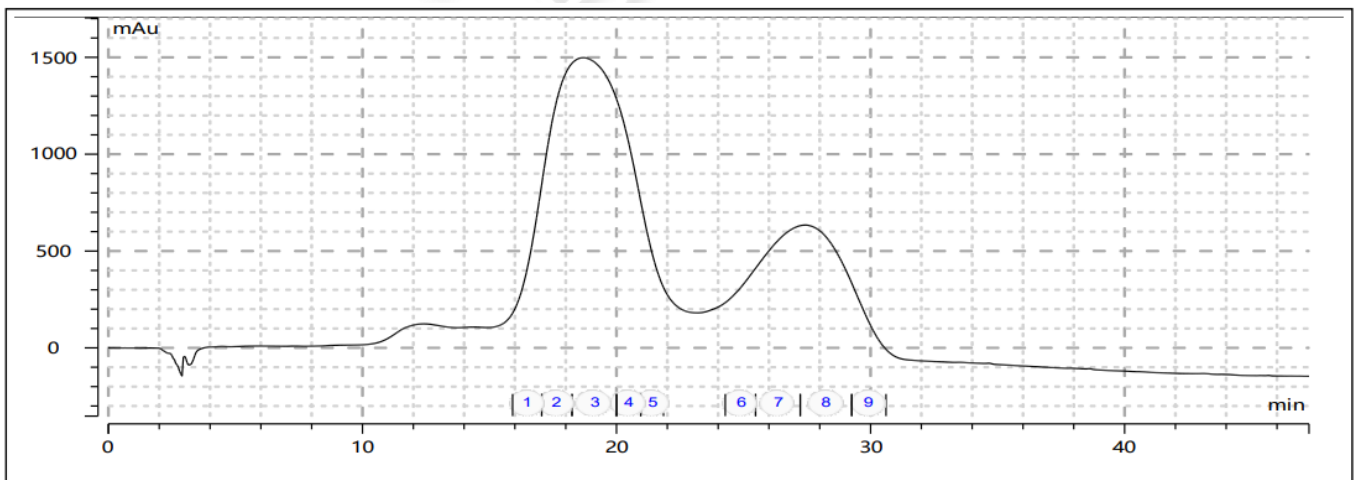


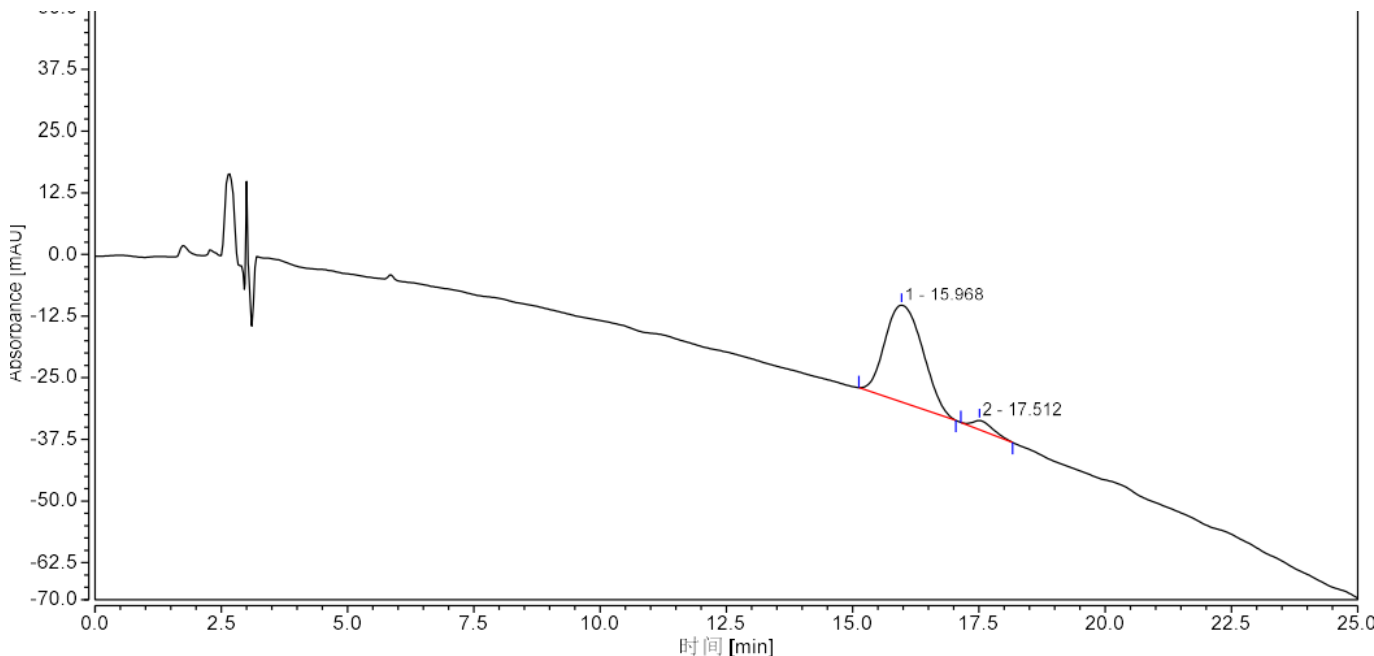
图 3 粗品制备图

经过制备，收集到目标馏分 2-3。



1.2.3. 杂质分析

将 1.2.2 中的制备馏分 2-3 分别取 0.5ml 并混合，用液相色谱分析，具体分析条件同“步骤 1.2.1”一致。分析图谱如图 4 所示：



积分结果								
序号	峰名称	保留时间 min	峰面积 mAU*min	峰高 mAU	相对峰面积 %	分离度 (EP)	塔板数 (EP)	S/N
1		15.968	17.157	19.635	95.00	1.39	1955	113.6
2		17.512	0.904	1.859	5.00	n.a.	8144	10.8
总和:			18.061		100.00	1.39		

图 4 制备液分析图谱

结论：由图可见制备液面积归一化含量为 95%（210nm），纯度符合客户要求。

2. 结论

使用月旭 Ultimate® LP-C8（10×250mm,5μm）在此色谱条件下进行制备，单针上样量为 5mg 时，制备收集到的目标物纯度为 95%（210nm），制备结果满足客户要求。

报告人:Ada

审核人: Jim

日期: 2023/05/30

