

分离纯化报告

样品信息			
样品名称	H021 碱破坏供试品	项目编号	20231108-1052
样品性状	无色液体	样品重量	/
收样日期	2023/11/10	测试期间	2023/11/10~2023/11/11
目标物信息			
			
目标物保留时间	杂质：3.8min	面积归一化含量 (220nm, %)	/
实验要求			
筛选色谱柱进行杂质制备，目标杂质面积归一化含量 95%以上			
试剂信息			
试剂名称		级别	供应商
磷酸氢二钾		AR	阿拉丁
甲酸铵		AR	Parameter
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 e2695	Waters
制备液相		Sail 1000	月旭



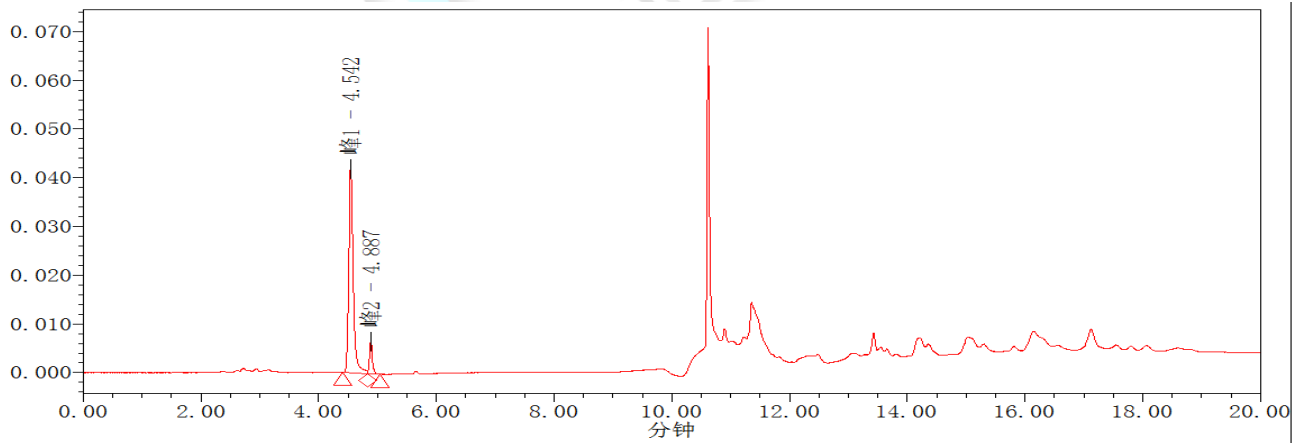
1. 试验过程

1.1. 方法重现

样品配置：客户提供

色谱柱	Ultimate LP-C18(4.6×150mm, 5μm)		
流动相 A	流动相 A: 10mmol/L 磷酸氢二钾		
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	220nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	100	0
	5	100	0
	10	20	80
	40	20	80
	40.1	100	0
	50	100	0

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 理论塔板数	USP 分离度	对称因子	% 面积
1 峰1	4.54	223519.25	19257.26		1.47	90.85
2 峰2	4.89	22523.39	50522.06	3.09		9.15

图 2 方法重现图谱

结论：通过与图 1 进行比较，可以确定 4.52min 为目标物。

1.2. 分离纯化过程

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

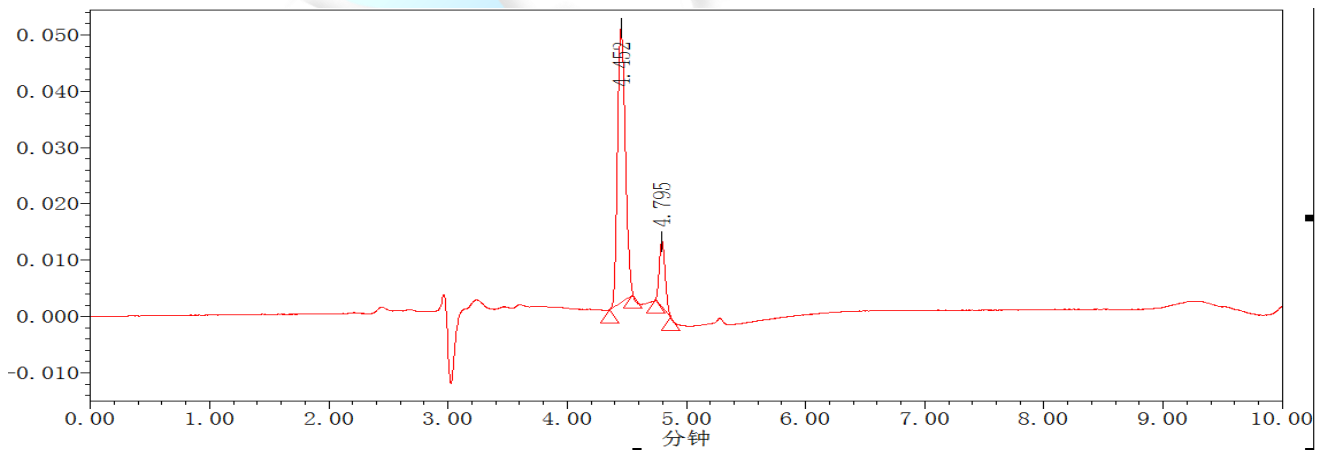


1.2.1. 方法开发

取 1.1 项下的进样小瓶按以下方法进行分析：

色谱柱	Ultimate LP-C18(4.6×150mm, 5μm)		
流动相 A	流动相 A: 20mmol/L 甲酸铵		
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	220nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	100	0
	5	100	0
	10	20	80
	40	20	80
	40.1	100	0
	50	100	0

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 理论塔板数	USP 分离度	对称因子	% 面积
1	4.45	222619.03				84.84
2	4.80	39787.97				15.16

图 6 LP-C18 分析图



1.2.2. 样品制备

仪器	Sail1000		
色谱柱	Ultimate LP-C18 (10×250mm, 5μm)		
流动相 A	20mmol/L 甲酸铵		
流动相 B	制备级乙腈		
流速	4ml/min		
进样量	2mL		
柱温	室温		
检测波长	220nm		
梯度洗脱程序	时间 (min)	流动相 A (%)	流动相 B (%)
	0	100	0
	15	100	0
	16	10	90
	36	10	90
	36.01	100	0
	46	100	0

制备图谱如图 4 所示：

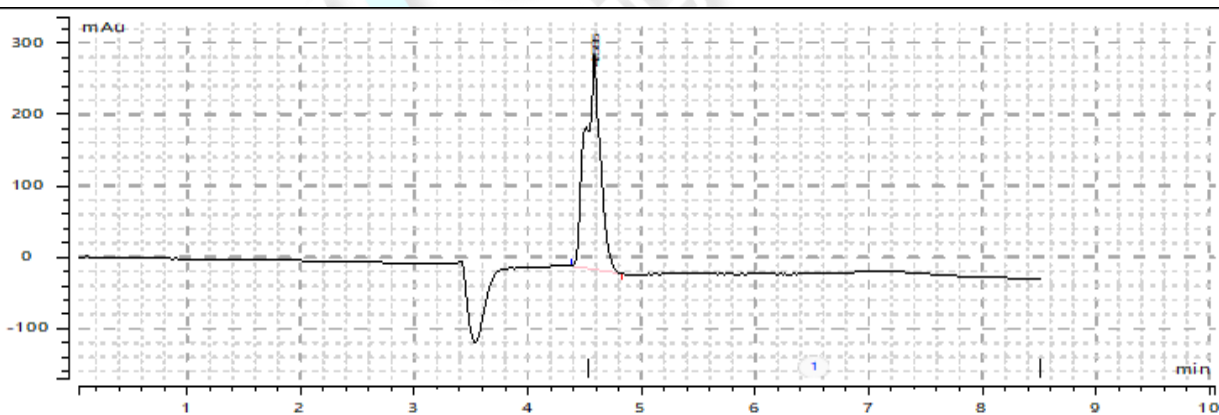


图 4 粗品制备图

经过制备，收集到目标馏分。

1.2.3. 杂质分析

将 1.2.2 中收集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 5 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。

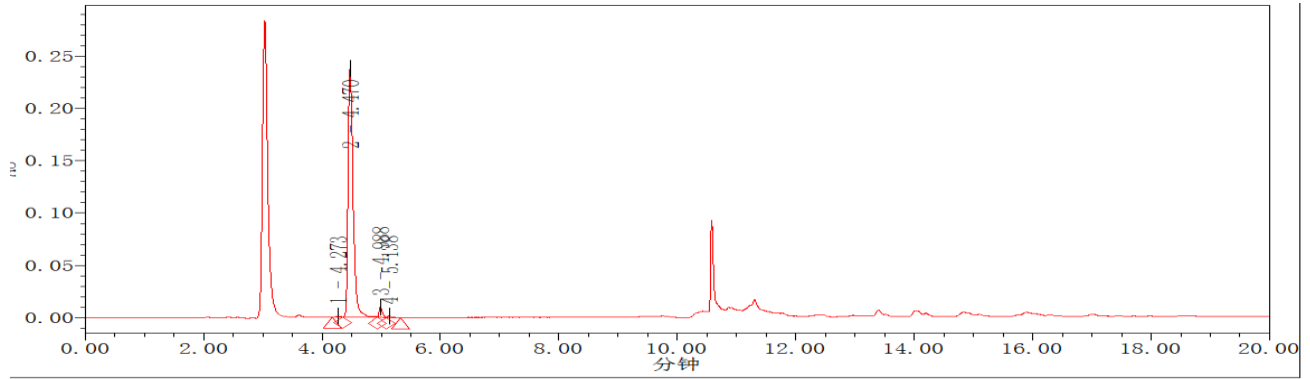
Add:上海市松江区明南路 85 号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园 10 号楼

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





峰结果						
名称	保留时间 (分钟)	面积 (微伏*秒)	USP 理论塔板数	USP 分离度	对称因子	% 面积
1	4.27	5053.43	18435.52			0.35
2	4.47	1385974.50	14628.17	1.42	1.53	96.51
3	4.99	37933.15	44177.88	4.16		2.64
4	5.14	7063.60	41781.15	1.50		0.49

图 5 制备液分析图谱

空白分析图谱如图 6 所示

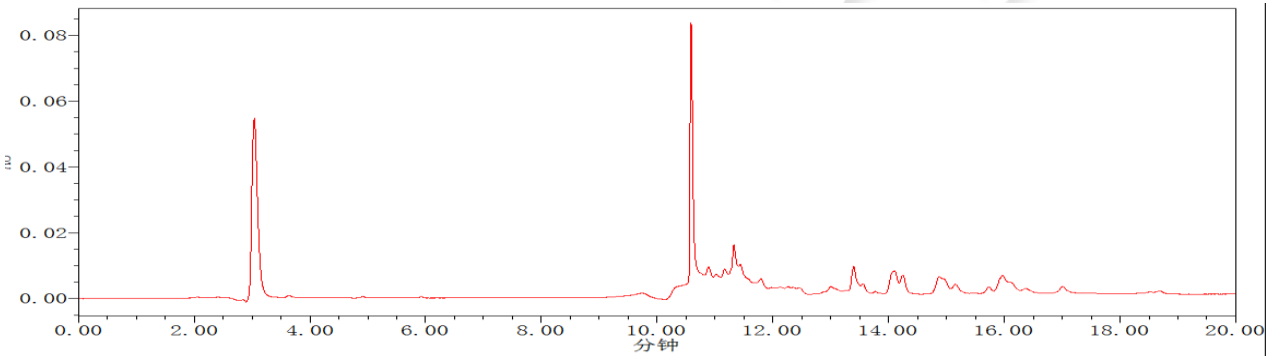


图 6 空白分析图谱

结论：由图 5 可见制备液面积归一化含量为 96.51%（220nm），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，制备收集到的目标物纯度为 96.51%（220nm），制备结果满足客户要求。

报告人:Mia

审核人: Jim

日期: 2023/11/11

