

分离纯化报告

样品信息			
样品名称	卡铂注射液	项目编号	20231117-1088
样品性状	无色液体	样品重量	/
收样日期	2023/11/27	测试期间	2023/11/27~2023/11/26
目标物信息			
<p>The figure contains two chromatograms. The top chromatogram shows peaks for 过氧化氢 (6.128 min), 卡铂 (18.124 min), 杂质5 (13.704 min), 杂质6 (11.409 min), 杂质7 (20.104 min), and 杂质8 (33.715 min). The bottom chromatogram shows peaks for 卡铂 (18.044 min) and 杂质8 (33.715 min). The x-axis represents time in minutes (0.00 to 70.00) and the y-axis represents absorbance (0.00 to 0.08).</p>			
目标物保留时间	杂质 5: 13.704min 杂质 6: 11.409min 杂质 8: 33.715min	面积归一化含量 (220nm, %)	/
实验要求			
制备杂质 5, 杂质 6, 杂质 8, 杂质纯度符合客户要求			
试剂信息			
试剂名称	级别	供应商	
四丁基硫酸氢铵	AR	damas-beta	
磷酸	AR	麦克林	
纯水	二级	月旭	
甲酸铵	AR	Parameter	
乙腈	HPLC	月旭	



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：

杂质 5、杂质 6 样品溶液配置：取卡铂溶液适量，加水超声溶解并稀释制成每 1ml 中约含 1mg 的溶液，取该溶液 9ml，加入 0.02%过氧化氢溶液 1ml，混匀，90°C水域加热 1 小时，取出，冷却，即得。

杂质 8 溶液配置：取客户寄来的杂质 8 1ml 加水稀释到 10ml,取 1ml 至进样小瓶,即得。

流动相配置：

四丁基硫酸氢铵缓冲液：称取四丁基硫酸氢铵 17g，加入 160ml 纯水使溶解，加入磷酸 6.8ml，用 10mol/L 氢氧化钠溶液调节 pH 值至 7.5，即得。

流动相 A：四丁基硫酸氢铵缓冲液：水=70:930

流动相 B:四丁基硫酸氢铵缓冲液：水:乙腈=20:780:200

色谱柱	Xtimate Phenyl-Hexyl(4.6*250mm,5um)		
流动相 A	流动相 A:四丁基硫酸氢铵缓冲溶液:水=70:930		
流动相 B	流动相 B:四丁基硫酸氢铵缓冲溶液:水:乙腈=20:780:200		
流速	0.5ml/min		
进样量	10μl		
柱温	27°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
	15	100	0
	35	0	100
	50	0	100
	51	100	0

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 8 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500



	70	100	0
--	----	-----	---

杂质 5、杂质 6 分析图谱如图 1 所示：

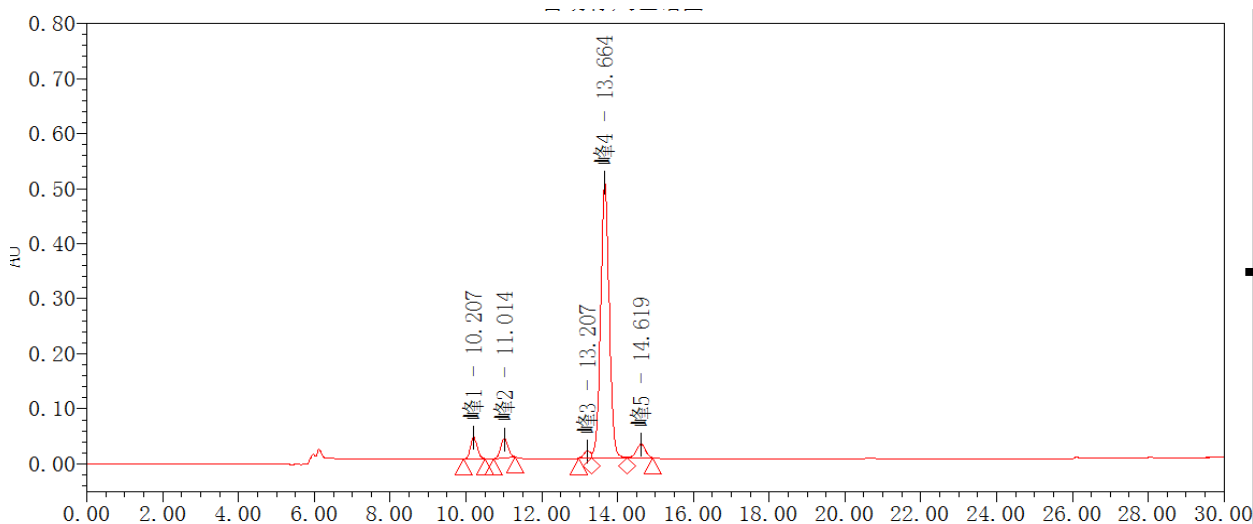
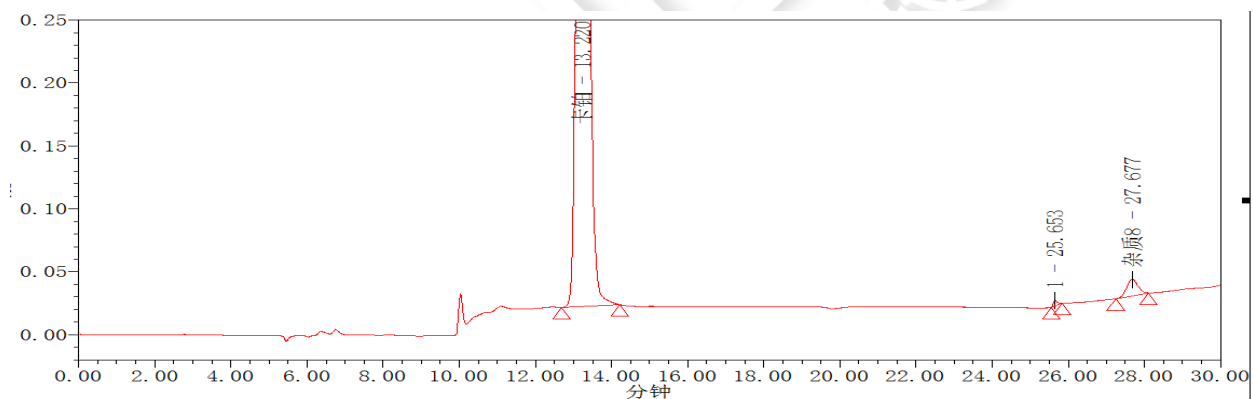


图 1 杂质 5、杂质 6 方法重现图谱

杂质 8 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 卡铂	13.22	22081468.95	15002.75		1.21	98.66
2 1	25.65	31641.15	268180.88	39.43	0.99	0.14
3 杂质8	27.68	268974.62	42195.73	5.46	0.99	1.20

图 2 杂质 8 方法重现图谱

结论：根据客户提供的图谱初步判断 11.014min 为杂质 5,10.207min 为杂质 6，27.677min 为杂质 8。

1.2. 分离纯化过程

1.2.1. 方法开发

流动相配置：

流动相 A：称取甲酸铵 1.26g，加入 1000ml 纯水，超声溶解过滤，即得。

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

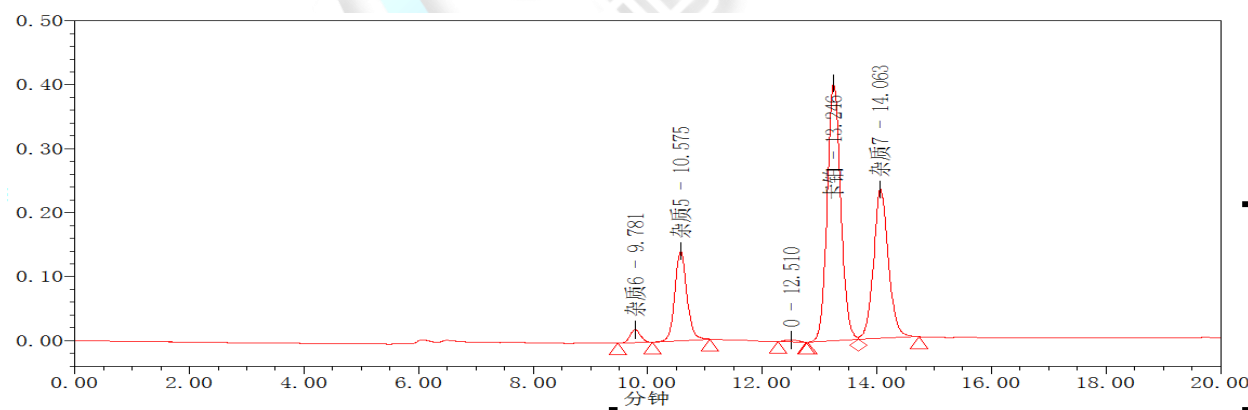


流动相 B：纯乙腈，过滤，即得。

取 1.1 项下的进样小瓶按以下方法进行分析：

色谱柱	Ultimate AQ-C18(4.6*250mm,5um)		
流动相	流动相 A:20mmol/L 甲酸铵 流动相 B:纯乙腈		
柱温	27°C		
检测波长	220nm		
流速	0.7ml/min		
进样量	10ul		
洗脱程序	时间	A	B
	0	100	0
	15	100	0
	35	80	20
	50	80	20
	51	100	0
	70	100	0

杂质 5、杂质 6 分析图谱如下图 3 所示：

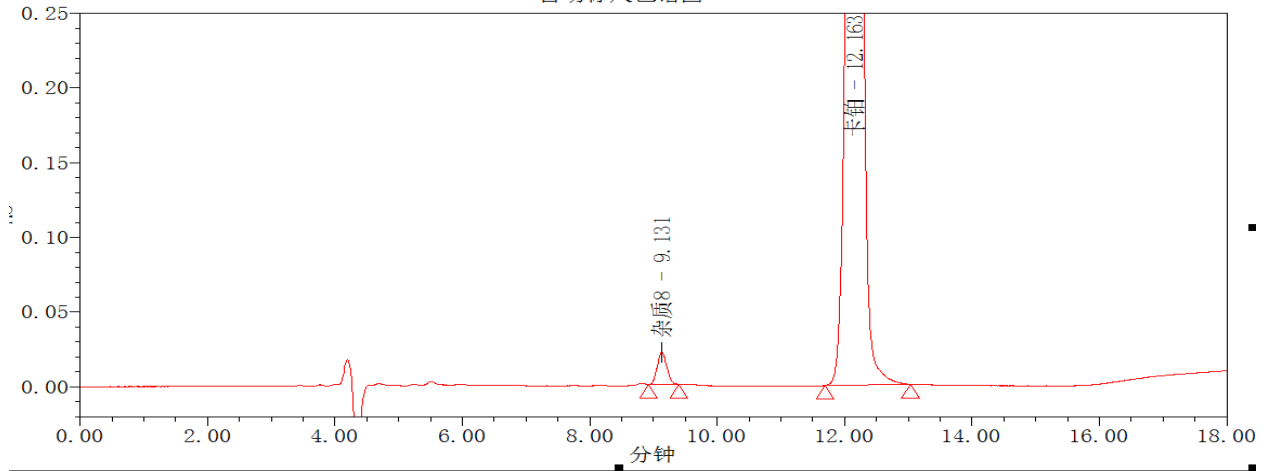


峰结果						
名称	保留时间 (分钟)	面积 (微伏*秒)	USP 理论塔板数	USP 分离度	对称因子	% 面积
1 杂质6	9.78	256886.91	13943.78		1.00	1.95
2 杂质5	10.57	2044031.16	12573.84	2.20	1.06	15.53
3 0	12.51	50227.99	15002.43	4.87	1.03	0.38
4 卡铂	13.25	6599318.25	15030.58	1.73	1.08	50.13
5 杂质7	14.06	4214177.00	14735.64	1.77	1.08	32.01

图 3 杂质 5、杂质 6 方法开发图谱

杂质 8 分析图谱如下图 4 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 杂质8	9.13	223794.14	17485.88		1.09	1.43
2 卡铂	12.16	15447915.85	20017.85	9.61	0.96	98.57

图 4 杂质 8 方法开发图谱

结论：9.78min 为杂质 6，10.57min 为杂质 5，9.13min 为杂质 8。

1.2.2. 样品制备

取方法 1.1 中杂质 5、杂质 6 的样品溶液 3ml 按以下方法进行制备

仪器	Sail1000		
色谱柱	Ultimate AQ-C18(21.2*250mm,5um)		
流动相 A	流动相 A:20mmol/L 甲酸铵		
流动相 B	制备级乙腈		
流速	15ml/min		
进样量	3mL		
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
	20	100	0
	40	10	90
	50	10	90
	51	100	0

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



	70	100	0
--	----	-----	---

杂质 5、杂质 6 制备图谱如图 5 所示：

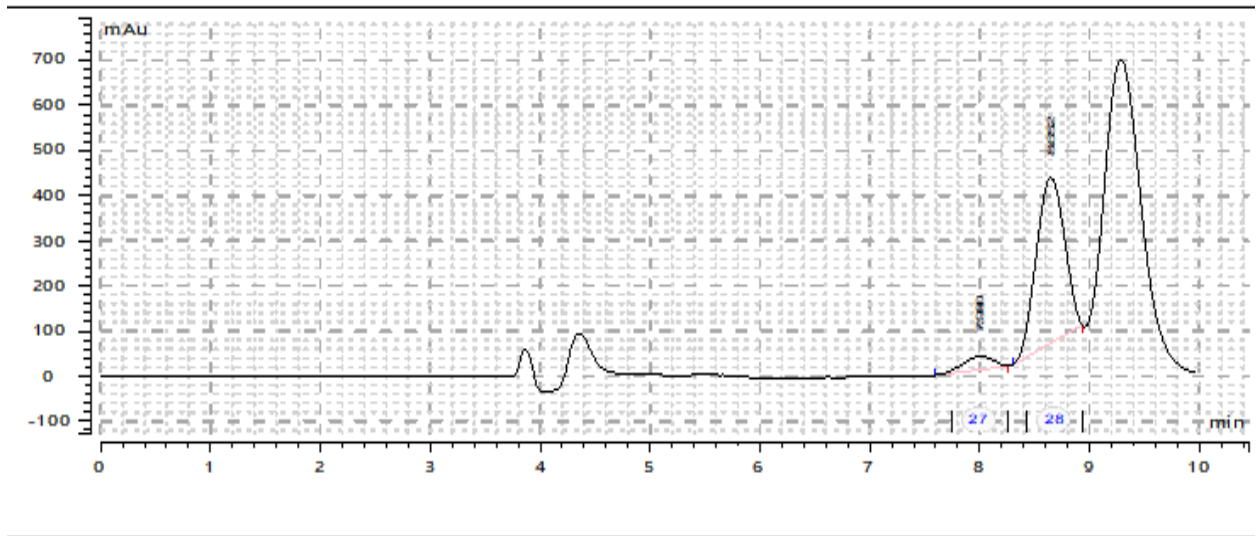


图 5 杂质 5、杂质 6 粗品制备图

杂质 8 制备图谱如图 6 所示：

上样量 30mg

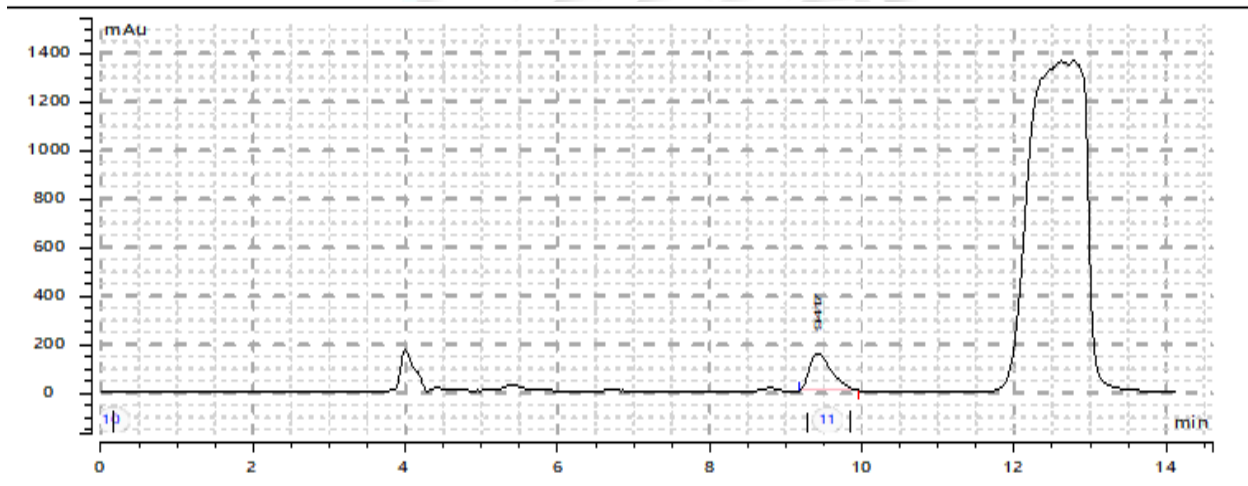


图 6 杂质 8 粗品制备图

结论：与图 3 馏分 27 为杂质 6，馏分 28 为杂质 5，馏分 11 为杂质 8，经过制备收集到目标馏分进行分析。

1.2.3. 杂质分析

将 1.2.2 中收集到的馏分 27、28、11 按 1.1 进行分析。



杂质 5 分析图谱如图 7 所示：

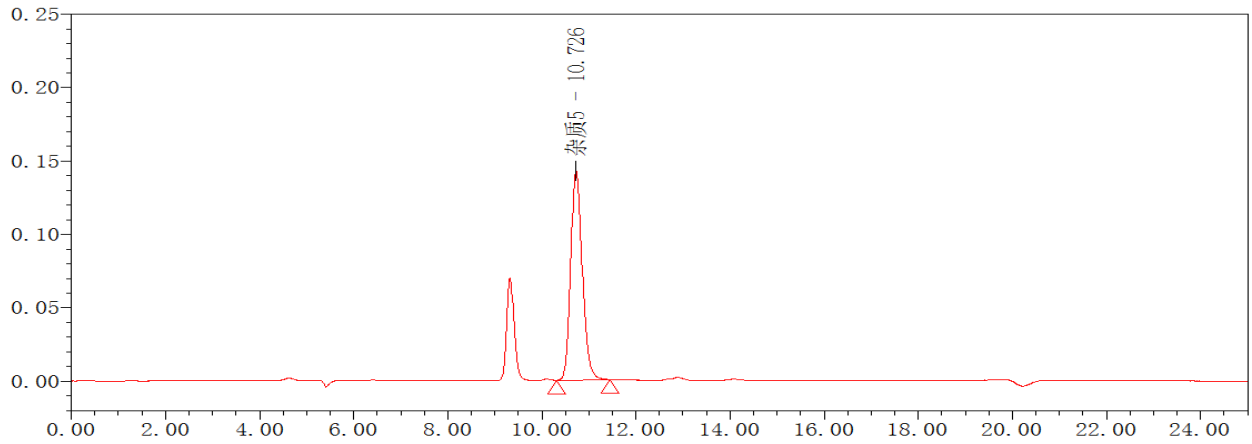


图 7 杂质 5 分析图谱

杂质 6 分析图谱如图 8 所示：

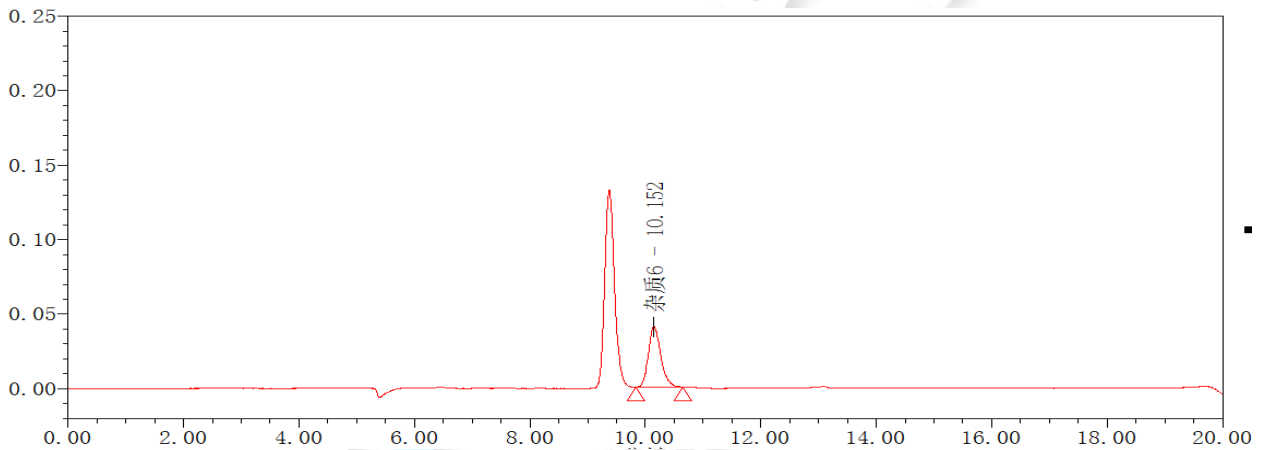
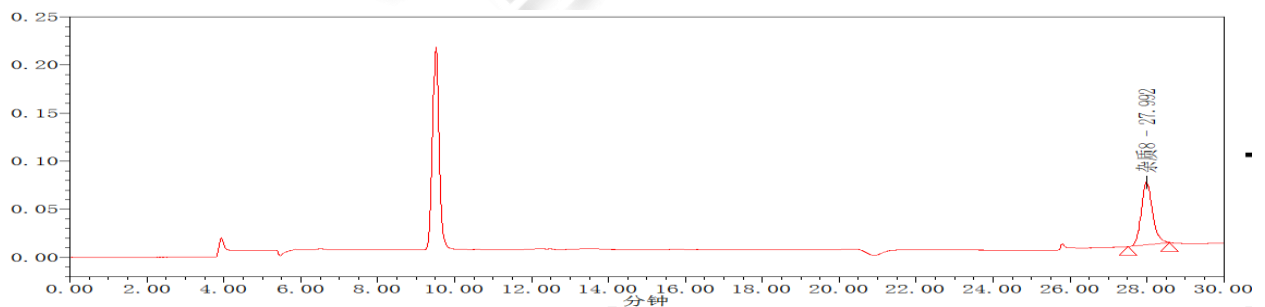


图 8 杂质 8 分析图谱

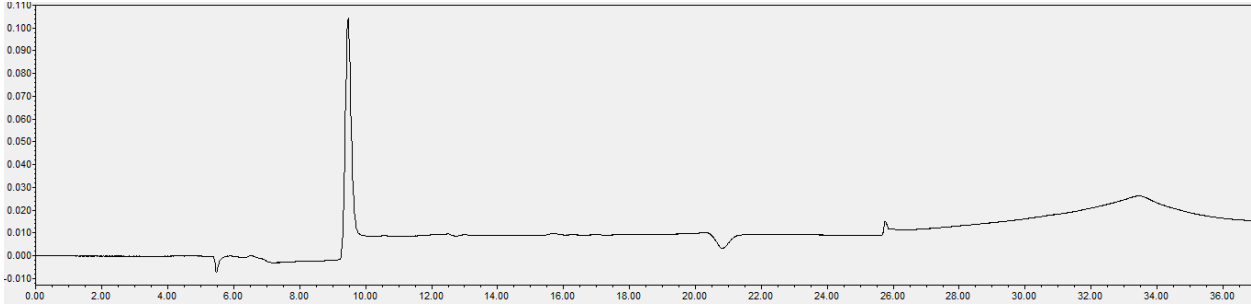
杂质 8 分析图谱如图 9 所示：



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 杂质8	27.99	1319647.45	45705.55		1.13	100.00

空白分析图谱如图 10 所示





结论：去除空白后杂质 5、杂质 6、杂质 8 纯度满足客户需求。

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，杂质 5、杂质 6、杂质 8 制备结果满足客户要求。

报告人:Mia

审核人: Jim

日期: 2023/12/27

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 8 页 共 8 页

邮编：201600

邮编：321000

邮编：211500

